

DIN EN 17199-1



ICS 13.040.30

Einsprüche bis 2018-01-24

Entwurf

**Exposition am Arbeitsplatz –
Messung des Staubungsverhaltens von Schüttgütern, die Nanoobjekte oder
Submikrometerpartikel enthalten oder freisetzen –
Teil 1: Anforderungen und Auswahl des Prüfverfahrens;
Deutsche und Englische Fassung prEN 17199-1:2018**

Workplace exposure –

Measurement of dustiness of bulk materials that contain or release nano-objects or submicrometer particles –

Part 1: Requirements and choice of test methods;

German and English version prEN 17199-1:2018

Exposition sur les lieux de travail –

Mesurage du pouvoir de resuspension des matériaux en vrac contenant des nano-objets et leurs agrégats et agglomérats –

Partie 1: Exigences et choix des méthodes d'essai;

Version allemande et anglaise prEN 17199-1:2018

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2017-11-24 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nasg@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Sicherheitstechnische Grundsätze (NASG), 10772 Berlin, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 69 Seiten

DIN-Normenausschuss Sicherheitstechnische Grundsätze (NASG)

Nationales Vorwort

Der hiermit der Öffentlichkeit zur Stellungnahme vorgelegte Norm-Entwurf enthält die deutsche und englische Fassung des vom Technischen Komitee CEN/TC 137 „Bewertung der chemischen und biologischen Stoffbelastung am Arbeitsplatz“ (Sekretariat: DIN, Deutschland) ausgearbeiteten europäischen Norm-Entwurfs prEN 17199-1:2018.

Die Erstellung des vorliegenden Norm-Entwurfs erfolgte im Rahmen des an CEN, CENELEC und ETSI erteilten Normungsauftrags M/461 für Normungsaktivitäten hinsichtlich Nanotechnologie und Nanomaterialien.

Der Norm-Entwurf wird gleichzeitig national und europäisch zur Stellungnahme verteilt.

Die Mitarbeit von DIN in der zuständigen Arbeitsgruppe des Technischen Komitees CEN/TC 137 wird über den Arbeitskreis NA 095-03-01—01 AK „Staub“ des Arbeitsausschusses „Messstrategien und Anforderungen an Messverfahren“ (NA 095-0-01 AA) im DIN-Normenausschuss Sicherheitstechnische Grundsätze (NASG) wahrgenommen.

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfs gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

DIN EN 17199, *Exposition am Arbeitsplatz — Messung des Staubungsverhaltens von Schüttgütern, die Nanoobjekte oder Submikrometerpartikel enthalten oder freisetzen* besteht aus den folgenden Teilen:

- Teil 1: Anforderungen und Auswahl der Prüfverfahren
- Teil 2: Verfahren mit großer rotierender Trommel
- Teil 3: Verfahren mit kontinuierlichem Fall
- Teil 4: Verfahren mit kleiner rotierender Trommel
- Teil 5: Verfahren mit dem Vortex-Schüttelgerät

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 9276-1:1998 siehe DIN ISO 9276-1:2004-09

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 9276-1:2004-09, *Darstellung der Ergebnisse von Partikelgrößenanalysen — Teil 1: Grafische Darstellung (ISO 9276-1:1998)*

Exposition am Arbeitsplatz — Messung des Staubungsverhaltens von Schüttgütern, die Nanoobjekte oder Submikrometerpartikel enthalten oder freisetzen — Teil 1: Anforderungen und Auswahl des Prüfverfahrens

Exposition sur les lieux de travail — Mesurage du pouvoir de resuspension des matériaux en vrac contenant des nano-objets et leurs agrégats et agglomérats — Partie 1 : Exigences et choix des méthodes d'essai

Workplace exposure — Measurement of dustiness of bulk materials that contain or release nano-objects or submicrometer particles — Part 1: Requirements and choice of test methods

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm

Dokument-Untertyp:

Dokument-Stage: CEN-Umfrage

Dokument-Sprache: D

STD Version 2.8l

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	8
4 Symbole und Abkürzungen	10
5 Kurzbeschreibung	11
5.1 Allgemeines	11
5.2 Metrik und Messgröße	13
5.3 Auswahl der Echtzeitinstrumente und Probenahmegeräte	15
5.3.1 Allgemeines	15
5.3.2 Bestimmung gesundheitsrelevanter Staubmassenanteile	16
5.3.3 Bestimmung der zahlenbasierten Staubungsverhaltensindizes und Emissionsraten	16
5.3.4 Bestimmung der Anzahl der Modi und der Anzahl des/der äquivalenten modalen Durchmesser(s) der zeitlich gemittelten partikelzahlbasierten Größenverteilung	16
5.3.5 Bestimmung der Anzahl der Modi und der Anzahl des/der äquivalenten modalen Durchmesser(s) der zeitlich gemittelten massenbasierten Partikelgrößenverteilung	17
5.3.6 Bestimmung der Morphologie und chemische Charakterisierung der gesammelten Schwebstoffe	18
6 Allgemeine Anleitungen	19
6.1 Konditionierung des Schüttguts	19
6.1.1 Allgemeines	19
6.1.2 Konditionierungs-Spezifikationen	19
6.1.3 Erhaltener Zustand	19
6.2 Überprüfung der Probe und Regelung der Umgebungsbedingungen	19
6.3 Entnahme von Proben aus dem Schüttgut	20
6.4 Feuchtegehalt	20
6.5 Schüttdichte	20
6.6 Prüfverfahren	20
6.7 Wiederholungsprüfungen	21
7 Prüfverfahren	21
7.1 Verfügbare Prüfverfahren	21
7.1.1 Allgemeines	21
7.1.2 Verfahren mit rotierender Trommel und kleiner rotierender Trommel	21
7.1.3 Vortex-Schüttler	21
7.1.4 Verfahren mit kontinuierlichem Fall	22
7.2 Allgemeine Erwägungen	22
7.3 Auswahl des am besten geeigneten Prüfverfahrens	22
8 Auswertung der Staubungsverhaltensdaten	23
9 Prüfbericht	23
Anhang A (informativ) Anleitung zur Auswahl der Prüfverfahren	25
Anhang B (normativ) Bestimmung des Feuchtegehalts	26

B.1	Verfahren mit Infrarottrockner	26
B.1.1	Kurzbeschreibung	26
B.1.2	Prüfverfahren	26
B.1.3	Alternatives Verfahren	27
Anhang C (normativ) Bestimmung der Schüttdichte des Prüfmaterials		28
C.1	Verfahren mit vorsichtiger Entnahme nach EN 15051-1	28
C.1.1	Geräte	28
C.1.2	Besondere Anforderungen	28
C.1.3	Prüfverfahren	28
Anhang D (informativ) Anleitung zur Auswahl der Prüfverfahren		29
Anhang E (informativ) Bericht für Elektronenmikroskopie		30
E.1	Hinweise zur Methodik	30
E.1.1	Beschreibung des Sammelsubstrats	30
E.1.2	Probenahmegerät für die Analyse durch Elektronenmikroskopie	30
E.1.3	Vorbereitung für die EM-Analyse	30
E.1.4	Allgemeine Angaben zum Mikroskop	30
E.2	Ergebnisse der Beobachtung und Aufzeichnung der Bilder und Spektren	31
Literaturhinweise		32

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17199-1:2018) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 137 „Bewertung der chemischen und biologischen Stoffbelastung am Arbeitsplatz“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wurde im Rahmen eines Normungsauftrages erarbeitet, den die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelszone dem CEN erteilt haben.

Einleitung

Die Kontrolle von emittierten und freigesetzten luftgetragenen Nanoobjekten und -partikeln während der Handhabung und des Transports von Schüttgütern ist ein wichtiger Aspekt für die Exposition von Arbeitnehmern und die Gestaltung und den Betrieb zahlreicher industrieller oder Forschungsprozesse. Es ist daher wichtig, Informationen über die Neigung von Schüttgütern, Nanoobjekte und alveolengängige Partikel freizusetzen, zu erhalten und so die Beurteilung des Risikos der Exposition gefährlicher Stoffe zu unterstützen.

Daten zum Staubungsverhalten wurden für die Expositionsbeurteilung für Nanomaterialien von der Organisation für wirtschaftliche Zusammenarbeit und Entwicklung [1] empfohlen und werden hier bereits als Eingabeparameter für einige Control-Banding-Werkzeuge für Nanomaterialien oder die Vorhersage der Wahrscheinlichkeit der Exposition durch Modellierung verwendet. Darüber hinaus können Daten zum Staubungsverhalten den Herstellern von Nanomaterialien Informationen liefern, die helfen können, ihre Produkte zu verbessern (z. B. durch Auswahl weniger staubender Nanomaterialien), oder Benutzer bei der Verbesserung ihrer Prozesse oder technischen Präventionsansätze unterstützen.

Das Staubungsverhalten hängt von einer Reihe verschiedener Faktoren wie etwa dem physikalischen Zustand des Schüttguts (z. B. Pulver, Granulat, Pellets und Feuchtigkeitsgehalt), den physikalisch-chemischen Eigenschaften der in dem Schüttgut enthaltenen Partikel (z. B. Größe und Form, relevante Dichte, Art der Beschichtung, hydrophobe und hydrophile Eigenschaften, Aggregation der Partikel), der Umgebung (z. B. Feuchtigkeit, Temperatur), dem Zustand des Schüttguts, der Art der Aerosolerzeugung (Aktivierungsenergie oder Energieeinsatz, Zeiteigenschaften des Energieeinsatzes), der Wechselwirkung zwischen den Partikeln während des Bewegens (z. B. Reibungsschub, Van-der-Waals-Kräfte) und der Probenahme- und Messkonfiguration ab.

Die Prüfung des Staubungsverhaltens dient dazu, die übliche Pulververarbeitung und -handhabung zu simulieren und einen Vergleich zwischen dem relativen Staubungspotenzial der verschiedenen Schüttgüter zu ermöglichen. Die aus der Prüfung des Staubungsverhaltens abgeleiteten Daten können als Eingabe für die quantitative oder qualitative Expositionsbeurteilung verwendet werden. Das Staubungsverhalten umfasst die Anwendung einer bestimmten Art und Menge an Aktivierungsenergie oder Energieeinsatz auf eine bestimmte Menge des Prüfmaterials über einen gegebenen Zeitraum, bei dem Partikel in die Luft dispergiert und quantitativ beschrieben werden. Wahrscheinlich existiert kein Einzelverfahren zur Prüfung des Staubungsverhaltens, das die verschiedenen, am Arbeitsplatz angewendeten Arten der Aufbereitung und Handhabung von Schüttgütern repräsentiert und reproduziert. Es bestehen daher verschiedene Verfahren für die Gestaltung von Geräten zur Prüfung des Staubungsverhaltens und die verschiedenen Prüfverfahren ergeben unterschiedliche Ergebnisse. Die Prüfung und die Variablen einschließlich der Probenahme- und Messkonfiguration müssen sorgfältig festgelegt werden, um die Vergleichspräzision sicherzustellen.

Konventionelle Verfahren zur Prüfung des Staubungsverhaltens von Partikeln im Mikrometerbereich schätzen den generierten Schwebstaub im Hinblick auf den Staubmassenanteil (z. B. einatembar, thorakal und inhalierbar) in mg/kg. Die aktuelle dreiteilige Norm EN 15051 für das herkömmliche Staubungsverhalten bietet zwei Verfahren: die rotierende Trommel und das Verfahren mit kontinuierlichem Fall. Obwohl diese Verfahren anerkannte Standards für Partikel im Mikrometerbereich sind, hat das biologische Verhalten von Nanoobjekten aufgrund der geringen Größe und Oberfläche die Frage aufgeworfen, ob das Staubungsverhalten allein durch den Massenanteil ausreichend charakterisiert werden kann. Aus diesem

Grund sind die Partikelzahlkonzentration und die Größenverteilung weitere wichtige Messgrößen für die Messung und Charakterisierung des Staubungsverhaltens von Schüttgütern, die Nanoobjekte enthalten¹⁾.

Dieser Teil von prEN 17199 legt zusammen mit prEN 17199-2:2017 bis prEN 17199-5:2017 Prüfverfahren für die Messung des Staubungsverhaltens von Schüttgütern, die Nanoobjekte enthalten, im Hinblick auf den gesundheitsrelevanten Indexmassenanteil, die Indexzahl und die Emissionsrate fest. Darüber hinaus legt die Norm Prüfverfahren fest, die das Aerosol auf der Grundlage seiner Partikelgrößenverteilung sowie der Morphologie und der chemischen Zusammensetzung seiner Partikel charakterisieren. Des Weiteren bietet die Norm eine Anleitung für die Wahl des Prüfverfahrens aus vier verfügbaren Verfahren: das Verfahren mit rotierender Trommel, mit kontinuierlichem Fall, mit kleiner rotierender Trommel und Vortex-Schüttler. Diese Verfahren erfordern unterschiedliche Mengen an Prüfmaterial und ermöglichen die Anwendung einer Vielzahl unterschiedlicher Energieeinsätze auf diese Materialien. Die Verfahren mit rotierender Trommel unterscheiden sich von dem Verfahren mit kontinuierlichem Fall und dem Vortex-Schüttlerverfahren. Bei dem Verfahren mit rotierender Trommel wird das Schüttgut wiederholt fallengelassen, während es bei dem Verfahren mit kontinuierlichem Fall nur einmal, aber dafür kontinuierlich fallengelassen wird. In dem Vortex-Schüttler wird das Schüttgut einem sehr viel höheren Energieeinsatz ausgesetzt. Das Prinzip des Verfahrens mit rotierender Trommel ist mit dem des Verfahrens mit kleiner rotierender Trommel vergleichbar.

Diese Europäische Norm wurde ursprünglich auf der Grundlage der Ergebnisse vornormativer Forschungen entwickelt [3]. Dieses Projekt untersuchte das Staubungsverhalten von zehn Schüttgütern einschließlich neun Schüttgut-Nanomaterialien, um eine möglichst große Vielfalt von Schüttgut-Nanomaterialien im Hinblick auf die Größenordnung des Staubungsverhaltens, die chemische Zusammensetzung und die primäre Partikelgrößenverteilung nach Angabe durch einen hohen Bereich der spezifischen Oberfläche zu prüfen.

1) CEN ISO/TS 12025 [2] bietet eine allgemeine Methodik für die Quantifizierung der Freisetzung von Nanoobjekten aus Pulver durch die Behandlung von der Handhabung bis zur Dispersion unter hohem Energieeinsatz durch die Messung der nach einem festgelegten Zerstäubungsverfahren freigesetzten Aerosole. Die Norm legt jedoch keine Prüfverfahren fest.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm bietet eine Methodik für die Messung und Charakterisierung des Staubungsverhaltens von Schüttgut, das Nanoobjekte oder Partikel im Submikrometerbereich enthält oder freisetzt. Darüber hinaus legt die Norm die Umgebungsbedingungen, das Verfahren zur Handhabung der Proben und das Verfahren zur Berechnung und Darstellung der Ergebnisse fest. Des Weiteren enthält sie eine Anleitung für die Auswahl des anzuwendenden Verfahrens.

Die in dieser Europäischen Norm festgelegte Methodik ermöglicht

- a) die Quantifizierung des Staubungsverhaltens im Hinblick auf gesundheitsrelevante Indexmassenanteile,
- b) die Quantifizierung des Staubungsverhaltens im Hinblick auf eine Indexzahl und eine Emissionsrate und
- c) die Charakterisierung des Aerosols auf der Grundlage seiner Partikelgrößenverteilung und der Morphologie und chemischen Zusammensetzung seiner Partikel.

ANMERKUNG 1 Bisher wurde noch kein zahlenbasiertes Klassifizierungsschema im Hinblick auf die Partikelzahl für die Freisetzung von Partikelstaub entwickelt. Schließlich, wenn eine ausreichend große Anzahl an Messdaten vorliegt, ist beabsichtigt, diese Europäische Norm zu revidieren und ein zahlenbasiertes Klassifizierungsschema einzuführen.

Diese Europäische Norm gilt für alle Schüttgüter einschließlich Pulver, Granulaten oder Pellets, die Nanoobjekte oder Partikel im Submikrometerbereich enthalten oder freisetzen.

ANMERKUNG 2 Das in Teil 5 dieser Europäischen Norm festgelegte Vortex-Schüttlerverfahren wurde noch nicht für Pellets und Granulate beurteilt.

ANMERKUNG 3 Die Verfahren mit rotierender Trommel und kontinuierlichem Fall wurden noch nicht für Nanofasern und Nanoplättchen beurteilt.

Diese Europäische Norm liefert keine Verfahren für die Beurteilung der Freisetzung von Partikeln während der Handhabung oder mechanischen Reduzierung fester Nanomaterialien (z. B. Nanoverbundstoffe) durch maschinelle Bearbeitung (z. B. zerkleinern, schneiden, schleifen, sägen).

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

EN 1540, *Exposition am Arbeitsplatz — Terminologie*

EN 15051-1, *Exposition am Arbeitsplatz — Messung des Staubungsverhaltens von Schüttgütern — Teil 1: Anforderungen und Auswahl der Prüfverfahren*

EN 15051-2, *Exposition am Arbeitsplatz — Messung des Staubungsverhaltens von Schüttgütern — Teil 2: Verfahren mit rotierender Trommel*

EN 15051-3, *Exposition am Arbeitsplatz — Messung des Staubungsverhaltens von Schüttgütern — Teil 3: Verfahren mit kontinuierlichem Fall*

EN 16897, *Exposition am Arbeitsplatz — Charakterisierung ultrafeiner Aerosole/Nanoaerosole — Bestimmung der Anzahlkonzentration mit Kondensationspartikelzählern*

prEN 17199-2:2017, *Exposition am Arbeitsplatz — Messung des Staubungsverhaltens von Schüttgütern, die Nanoobjekte oder Submikrometerpartikel enthalten oder freisetzen — Teil 2: Verfahren mit großer rotierender Trommel*

prEN 17199-3:2017, *Exposition am Arbeitsplatz — Messung des Staubungsverhaltens von Schüttgütern, die Nanoobjekte oder Submikrometerpartikel enthalten oder freisetzen — Teil 3: Verfahren mit kontinuierlichem Fall*

prEN 17199-4:2017, *Exposition am Arbeitsplatz — Messung des Staubungsverhaltens von Schüttgütern, die Nanoobjekte oder Submikrometerpartikel enthalten oder freisetzen — Teil 4: Verfahren mit kleiner rotierender Trommel*

prEN 17199-5:2017, *Exposition am Arbeitsplatz — Messung des Staubungsverhaltens von Schüttgütern, die Nanoobjekte oder Submikrometerpartikel enthalten oder freisetzen — Teil 5: Verfahren mit Vortex-Schüttler*

ISO 15900, *Determination of particle size — Differential electrical mobility analysis for aerosol particles*

ISO 27891, *Aerosol particle number concentration — Calibration of condensation particle counters*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach EN 1540, EN 15051-1 und die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- IEC Electropedia: unter <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online Browsing Platform: unter <http://www.iso.org/obp>

3.1 Agglomerat
Ansammlung schwach gebundener Partikel oder Aggregate bzw. Gemische der beiden, in welcher die resultierende (äußere) Oberfläche ähnlich der Summe der Oberflächen der einzelnen Bestandteile ist

Anmerkung 1 zum Begriff: Schwache Kräfte, z. B. Van-der-Waals-Kräfte, oder einfache physikalische Verhakungen halten ein Agglomerat zusammen.

Anmerkung 2 zum Begriff: Agglomerate werden auch als Sekundärpartikel bezeichnet, die ursprünglichen Ausgangspartikel als Primärpartikel.

[QUELLE: CEN ISO/TS 27687:2009, Begriff 3.2 [4]]

3.2 Aggregat
Partikel aus fest gebundenen oder verschmolzenen Partikeln, bei dem die resultierende (äußere) Oberfläche wesentlich kleiner als die Summe der berechneten Oberflächen der einzelnen Bestandteile sein kann

Anmerkung 1 zum Begriff: Die ein Aggregat zusammenhaltenden Kräfte sind starke Kräfte, z. B. kovalente Bindungen, oder solche Kräfte, die auf Sintern oder auf komplexen physikalischen Verhakungen beruhen.

Anmerkung 2 zum Begriff: Aggregate werden auch als Sekundärpartikel bezeichnet, die ursprünglichen Ausgangspartikel als Primärpartikel.

[QUELLE: CEN ISO/TS 27687:2009, Begriff 3.3 [4]]

3.3

Hintergrundpartikel

aus dem Labor infiltrierte Partikel

3.5

äquivalenter Durchmesser

Durchmesser einer Kugel, die eine Reaktion eines gegebenen Instruments zur Messung der Partikelgröße erzeugt, welche der von dem gemessenen Partikel erzeugten Reaktion entspricht

Anmerkung 1 zum Begriff: Die physikalische Eigenschaft, auf die sich der äquivalente Durchmesser bezieht, wird mithilfe eines geeigneten Index angegeben (ISO 9276-1:1998 [5]).

Anmerkung 2 zum Begriff: Für die diskrete Partikelzählung, lichtstreuende Instrumente, wird der äquivalente optische Durchmesser verwendet.

Anmerkung 3 zum Begriff: Für Trägheitsinstrumente wird der aerodynamische Durchmesser verwendet. Der aerodynamische Durchmesser ist der Durchmesser einer Kugel mit der Dichte $1\,000\text{ kg m}^{-3}$, der die gleiche Sinkgeschwindigkeit hat wie das unregelmäßige Partikel.

[QUELLE: CEN ISO/TS 27687:2009, Begriff A.3.3 [4]]

3.6

Nanomaterial

Material mit einem oder mehreren Außenmaß(en) im Nanomaßstab oder mit einer inneren Struktur oder Oberflächenstruktur im Nanomaßstab

[QUELLE: CEN ISO/TS 80004-1:2015, Begriff 2.4 [6]]

3.7

Nanoobjekt

Material mit einem, zwei oder drei Außenmaß(en) im Nanomaßstab

Anmerkung 1 zum Begriff: Allgemeine Benennung für alle diskreten Objekte im Nanomaßstab.

[QUELLE CEN ISO/TS 27687:2009, Begriff 2.2 [4]]

3.8

Nanomaßstab

Größenspektrum, ungefähr von 1 nm bis 100 nm

Anmerkung 1 zum Begriff: Eigenschaften, welche nicht aus der Extrapolation eines größeren Größenspektrums folgen, werden üblicherweise, aber nicht ausschließlich, in diesem Größenspektrum vorkommen. Für derartige Eigenschaften werden die Größenbegrenzungen als ungefähre Werte angesehen.

Anmerkung 2 zum Begriff: Die untere Grenze dieser Definition (ungefähr 1 nm) wurde eingeführt, um zu vermeiden, dass einzelne Atome und kleine Gruppen von Atomen als Nanoobjekte oder Elemente von Nanostrukturen eingestuft werden, was durch das Fehlen einer unteren Begrenzung impliziert werden könnte.

[QUELLE: CEN ISO/TS 27687:2009, Begriff 2.1 [4]]

3.9

Nanopartikel

Nanoobjekt mit allen drei Außenmaßen im Nanomaßstab

Anmerkung 1 zum Begriff: Wenn sich die Längen der längsten und der kürzesten Achsen des Nanoobjekts wesentlich unterscheiden (typischerweise um mehr als das Dreifache), sollten die Begriffe Nanofaser oder Nanoplättchen statt des Begriffs Nanopartikel verwendet werden.

[QUELLE: CEN ISO/TS 27687:2009, Begriff 4.1 [4]]

3.10

zahlenbasierter Staubungsverhaltensindex

Verhältnis zwischen der Anzahl der während der Prüfdauer freigesetzten Partikel zur Prüfmasse für das betreffende Prüfstaubungsverhalten

3.11

zahlenbasierte Emissionsrate

Verhältnis zwischen der Anzahl der je Sekunde während der Prüfungsdauer freigesetzten Partikel zur Prüfmasse für das betreffende Staubungsverhaltenprüfverfahren

3.12

Partikelgrößenverteilung

Verteilung der Partikel in Abhängigkeit von der Partikelgröße

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Partikelgrößenverteilung kann als kumulative Verteilung oder als Verteilungsdichte (Verteilung der Materialfraktion in einer Größenklasse, geteilt durch die Breite dieser Klasse) angegeben werden.

Anmerkung 2 zum Begriff: Übernommen aus EN ISO 14644-1:2015, Begriff 3.2.4 [7].

3.13

Partikelgröße

lineare Abmessung eines Partikels, bestimmt durch ein festgelegtes Messverfahren und unter festgelegten Messbedingungen

[QUELLE: ISO 26824:2013, Begriff 1.5, modifiziert – Anmerkungen zum Begriff wurden gelöscht [8]]

4 Symbole und Abkürzungen

AES	Atomemissions-Spektroskopie (en: atomic emission spectroscopy)
APS ²⁾	aerodynamisches Partikelgrößenspektrometer (en: Aerodynamic Particle Sizer)
BET	Brunauer–Emmett–Teller
CPC	Kondensationspartikelzähler (en: Condensation Particle Counter)
d_{50}	eine kleinere Partikelgröße, bei der der Zählwirkungsgrad 50 % beträgt
DMA	differentieller Mobilitätsanalysator (en: Differential Mobility Analyser)
ELPI ^{®3)}	elektrischer Niederdruckimpaktor (en: Electrical Low Pressure Impactor)
EM	Elektronenmikroskopie (en: Electron Microscopy)
ICP	induktiv gekoppeltes Plasma (en: Inductively coupled plasma)
MS	Massenspektrometrie (en: Mass spectrometry)
RH	relative Luftfeuchte

2) APS[®] ist der Handelsname oder das Warenzeichen eines von TSI Instruments Ltd. gelieferten Produkts. Diese Angabe dient nur der Unterrichtung der Anwender dieser Europäischen Norm und stellt keine Anerkennung des genannten Produkts durch CEN dar. Gleichwertige Produkte dürfen verwendet werden, wenn sie nachweisbar zu identischen Ergebnissen führen.

3) ELPI[®] ist der Handelsname oder das Warenzeichen eines von Dekati gelieferten Produkts. Diese Angabe dient nur der Unterrichtung der Anwender dieser Europäischen Norm und stellt keine Anerkennung des genannten Produkts durch CEN dar. Gleichwertige Produkte dürfen verwendet werden, wenn sie nachweisbar zu identischen Ergebnissen führen.

SEM	Rasterelektronenmikroskopie (en: Scanning Electron Microscopy)
SMPS	scannendes Analysegerät für die differentielle Mobilität der Partikel (en: Scanning Mobility Particle Sizer)
TEM	Durchstrahlungsmikroskopie bzw. Transmissionselektronenmikroskopie (en: Transmission Electron Microscopy)
XRF	Röntgenfluoreszenz (en: X-ray fluorescence)

5 Kurzbeschreibung

5.1 Allgemeines

Bild 1 und Bild 2 zeigen Ablaufdiagramme, um dem Benutzer dieser Europäischen Norm einen Leitfaden durch die notwendigen Phasen zu bieten, die zu berücksichtigen sind, um Werte der Staubungsverhaltensparameter eines gegebenen Schüttguts zu erhalten.

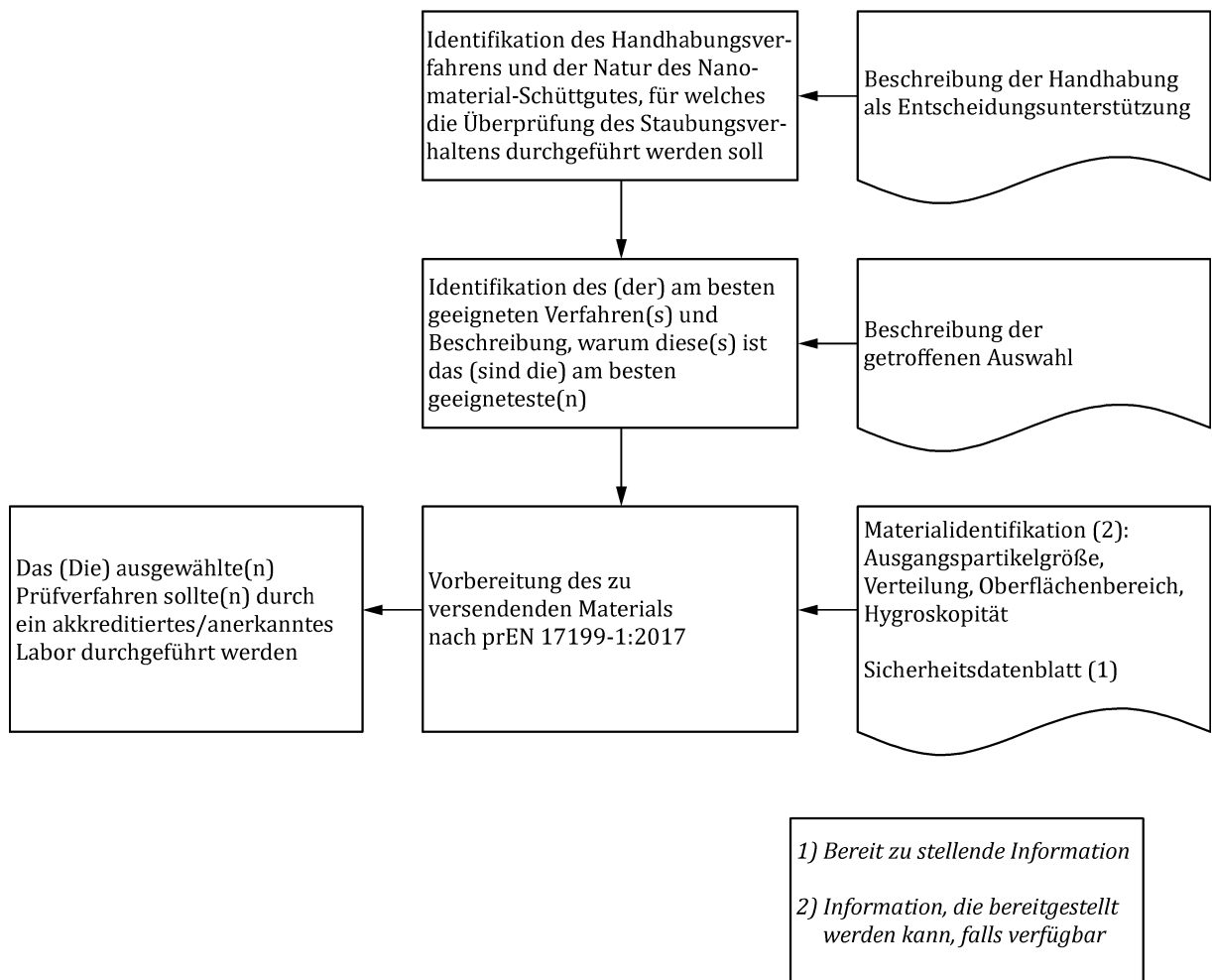


Bild 1 — Entscheidungsablaufdiagramm für Lieferanten von Schüttgut

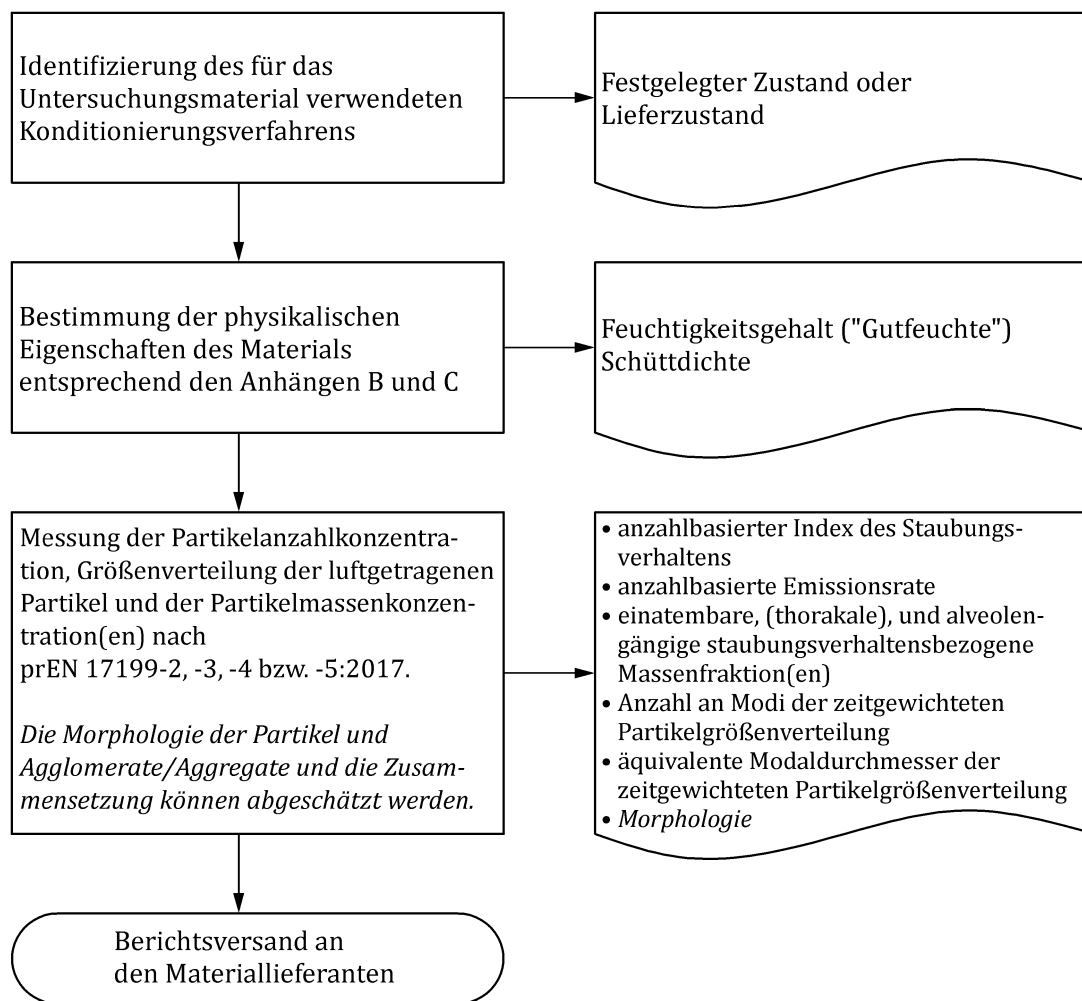


Bild 2 — Entscheidungsablaufdiagramm für das Prüflabor

Es werden vier Prüfverfahren dargelegt:

- das Verfahren mit rotierender Trommel (siehe prEN 17199-2:2017);
- das Verfahren mit kontinuierlichem Fall (siehe prEN 17199-3:2017);
- das Verfahren mit kleiner rotierender Trommel (siehe prEN 17199-4:2017);
- das Vortex-Schüttler-Verfahren (siehe prEN 17199-5:2017).

Alle vier Prüfverfahren bestehen aus den folgenden Elementen:

- a) Klimaanlage, sofern das Labor selbst nicht auf die erforderliche Temperatur und relative Feuchte reguliert werden kann;
- b) Staubentwicklungseinheit;
- c) Probenahmestrang;
- d) Messabschnitt: Aerosol-Echtzeitinstrumente für zeitaufgelöste Partikelkonzentrationen sowie Staubprobenahmeverrichtungen für die alveolengängige Massenfraktion oder die Offline-Partikelanalyse.

Für die Bestimmung inhalierbarer (thorakaler) und alveolengängiger Indexmassenanteile der Staubbung für die Verfahren mit rotierender Trommel und kontinuierlichem Fall, siehe EN 15051-1, EN 15051-2 und EN 15051-3.

Schüttgut mit bekannter Gutfeuchte und bekannter Schüttdichte wird gewogen und in das Staubentwicklungsgefäß eingebracht, wo es für eine bestimmte Dauer unter genormten Bedingungen behandelt wird. Die Schüttdichte ist wie in 6.5 festgelegt zu messen. Der freigesetzte Schwebstaub wird aus der Staubentwicklungseinheit durch die Staubübertragungseinheit und den Probenahmestrang in die Probenahmeeinheit übergeführt. Hier messen Echtzeit-Aerosol-Instrumente die zeitaufgelösten Partikelkonzentrationen und die zeitaufgelöste Partikelverteilung des innerhalb der Zerstäubersysteme erzeugten Aerosols. Darüber hinaus sammeln Probenahmeeinrichtungen Partikel für die gravimetrische und/oder chemische/morphologische Offline-Analyse. Die Analyse der chemischen Zusammensetzung kann nützliche Informationen bei der Prüfung von Schüttgütern, die aus einer Mischung chemischer Substanzen bestehen, liefern.

Die Staubungsverhaltensdaten können genutzt werden, um das Staubungsverhalten des Schüttguts zu verstehen, und liefern Informationen, die zur Bewertung des Expositionspotenzials oder als Eingabe für die quantitative Expositionsbeurteilung durch Modellierung verwendet werden können. Diese Daten können mit den anhand eines Materials mit derselben chemischen Zusammensetzung mit unterschiedlichen Eigenschaften (z. B. abweichende Partikelgröße, Form, Beschichtung oder Funktionalität) ermittelten Daten verglichen werden. Abschnitt 8 erläutert, wie die gemessenen Daten auszuwerten sind.

5.2 Metrik und Messgröße

Die vier Prüfverfahren messen das Staubungsverhalten von Schüttgütern, die Nanoobjekte enthalten, im Hinblick auf den gesundheitsrelevanten Indexmassenanteil, die Indexzahl und die Emissionsrate. Darüber hinaus können die durch diese Verfahren erzeugten Aerosole anhand ihrer Partikelgrößenverteilung und der Morphologie sowie der chemischen Zusammensetzung ihrer Schwebstoffe charakterisiert werden. Tabelle 1 bietet eine Übersicht der Metrik und Messgrößen, die durch die vier Prüfverfahren erhalten werden können oder müssen.

Tabelle 1 — Übersicht der Metrik und Messgrößen, die durch die vier Prüfverfahren erhalten werden können

Messgröße	Symbol	Einheit	Prüfverfahren	vorgeschrieben/optional
Massenanteil an alveolengängigem Staub	w_r	Milligramm je Kilogramm (mg/kg)	rotierende Trommel ^a , kontinuierlicher Fall, kleine rotierende Trommel, Vortex-Schüttler	vorgeschrieben
Massenanteil an thorakalem Staub	w_t	Milligramm je Kilogramm (mg/kg)	rotierende Trommel ^a	optional
Massenanteil an einatembarem Staub	w_i	Milligramm je Kilogramm (mg/kg)	rotierende Trommel ^a , kontinuierlicher Fall	optional
zahlenbasierter Staubungsverhaltensindex von ungefähr 10 nm bis 1 µm	$I_{d,N}$	Partikel je Milligramm (1/mg)	rotierende Trommel, kontinuierlicher Fall, kleine rotierende Trommel, Vortex-Schüttler	vorgeschrieben
zahlenbasierte Emissionsrate	E_N	Partikel je Milligramm und Sekunde (1/mg · s)	rotierende Trommel, kontinuierlicher Fall, kleine rotierende Trommel, Vortex-Schüttler	vorgeschrieben

Messgröße	Symbol	Einheit	Prüfverfahren	vorgeschrieben/optional
Anzahl der Modi der zeitlich gemittelten partikelzahlbasierten Größenverteilung als $dN/d\log D_p$	$N_{N,M}$	—	rotierende Trommel, kontinuierlicher Fall, kleine rotierende Trommel, Vortex-Schüttler	vorgeschrieben
Werte des modalen Durchmessers entsprechend dem höchsten Modus (M1) und dem zweithöchsten Modus (M2) der gemessenen Zahlengrößenverteilung	$d(M_{N,i})$	nm	rotierende Trommel, kontinuierlicher Fall, kleine rotierende Trommel, Vortex-Schüttler	vorgeschrieben
Anzahl der Modi der zeitlich gemittelten massenbasierten Größenverteilung als $dM/d\log D_p$	$N_{M,M}$	—	rotierende Trommel, kontinuierlicher Fall, kleine rotierende Trommel, Vortex-Schüttler	optional
äquivalente modale Durchmesser der zeitlich gemittelten massenbasierten Größenverteilung als $dM/d\log D_p$	$d(M_{M,i})$	nm	rotierende Trommel, kontinuierlicher Fall, kleine rotierende Trommel, Vortex-Schüttler	optional
Morphologie und chemische Charakterisierung der Nanoobjekte, der Partikel und der Agglomerate/Aggregate	Keine	—	rotierende Trommel, kleine rotierende Trommel, Vortex-Schüttler, kontinuierlicher Fall	optional ANMERKUNG Die (ungefähre) primäre Partikelgröße und (ungefähre) Agglomeratgröße/-form kann mithilfe der analytischen Elektronenmikroskopie geschätzt werden. Darüber hinaus kann die elementare chemische Zusammensetzung der Partikel und Agglomerate ermittelt werden. Der mithilfe eines alveolengängigen Staubabscheiders (siehe Teil 3 bis 5 dieser Europäischen Norm) oder eines Satzes Metallschäume (siehe Teil 2 dieser Europäischen Norm) an einem Filter gesammelte Staub kann durch Röntgenfluoreszenz (XRF) oder ICP-MS quantitativ analysiert werden.
^a Die Bestimmung der alveolengängigen, thorakalen und einatembaren Staubungsmassenanteile erfolgt vollständig unter Anwendung der Konfiguration nach EN 15051-2.				

5.3 Auswahl der Echtzeitinstrumente und Probenahmegeräte

5.3.1 Allgemeines

Die Auswahl der Geräte beeinflusst die Ergebnisse und das Prüfverfahren selbst beeinflusst die Auswahl der Geräte. In dieser Norm und in prEN 17199-2:2017 bis prEN 17199-5:2017 werden spezifische Geräte oder Instrumente empfohlen, um den Erhalt vergleichbarer Ergebnisse zwischen Laboren und Organisationen zu ermöglichen. Diese Instrumente wurden auf der Grundlage der Leistungsparameter der Instrumente und der Eigenschaften der erzeugten Aerosole ausgewählt. Tabelle 2 enthält allgemeine Kriterien für die Auswahl der Vorrichtungen oder Instrumente für die vier Prüfverfahren.

Tabelle 2 — Allgemeine Kriterien für die Auswahl der Vorrichtungen oder Instrumente

Messgröße	Prüfverfahren	Spezifisches Verfahren/spezifische Vorrichtung für die Messgröße
alveolengängiger, thorakaler und einatembarer Staubmassenanteil (mg/kg)	rotierende Trommel	Satz Metallschäume und ein Filter (separate Prüfung nach EN 15051-1 und EN 15051-2)
Massenanteil an alveolengängigem Staub (mg/kg)	kleine rotierende Trommel, Vortex-Schüttler	Staubabscheider für die alveolengängige Fraktion
Massenanteil an einatembarem Staub (mg/kg)	kontinuierlicher Fall	Staubabscheider für alveolengängige und einatembare Fraktionen (parallele Prüfung nach EN 15051-1 und EN 15051-3)
zahlenbasierter Staubungsverhaltensindex von ungefähr 10 nm bis 1 µm (1/mg)	rotierende Trommel, kleine rotierende Trommel, Vortex-Schüttler	CPC für den Partikelgrößenbereich von ungefähr 10 nm bis 1 µm
zahlenbasierter Staubungsverhaltensindex von ungefähr 10 nm bis 1 µm (1/mg)	kontinuierlicher Fall	CPC für den Partikelgrößenbereich von ungefähr 10 nm bis 1 µm oder SMPS kombiniert mit einem APS®
zahlenbasierte Emissionsrate (1/mg.s)	rotierende Trommel, kleine rotierende Trommel, Vortex-Schüttler	CPC für den Partikelgrößenbereich von ungefähr 10 nm bis 1 µm
zahlenbasierte Emissionsrate (1/mg.s)	kontinuierlicher Fall	CPC für den Partikelgrößenbereich von ungefähr 10 nm bis 1 µm oder SMPS kombiniert mit einem APS®
Anzahl der Modi der zeitlich gemittelten partikelzahlbasierten Größenverteilung als $dN/d\log D_p$	rotierende Trommel, kontinuierlicher Fall, kleine rotierende Trommel, Vortex-Schüttler	Größenaufgelöste(s) Instrument(e) für den Partikelgrößenbereich von ungefähr 10 nm bis 10 µm
für die ersten beiden Modi: Äquivalente modale Durchmesser der zeitlich gemittelten partikelzahlbasierten Größenverteilung als $dN/d\log D_p$		
Anzahl der Modi der zeitlich gemittelten massenbasierten Größenverteilung als $dM/d\log D_p$	rotierende Trommel, kleine rotierende Trommel, Vortex-Schüttler	Niederdruckimpaktor
für die ersten beiden Modi: Äquivalente modale Durchmesser der zeitlich gemittelten massenbasierten Größenverteilung als $dM/d\log D_p$		

Messgröße	Prüfverfahren	Spezifisches Verfahren/spezifische Vorrichtung für die Messgröße
Morphologie und chemische Charakterisierung der Nanoobjekte, der Partikel und der Agglomerate/Aggregate	rotierende Trommel, kontinuierlicher Fall, kleine rotierende Trommel, Vortex-Schüttler	Probenahmeeinrichtung für die Offline-Analyse durch Elektronenmikroskopie Der mithilfe eines alveolengängigen Staubabscheiders (siehe Teil 3 bis 5 dieser Europäischen Norm) oder eines Satzes Metallschäume (siehe Teil 2 dieser Europäischen Norm) an einem Filter gesammelte Staub

5.3.2 Bestimmung gesundheitsrelevanter Staubmassenanteile

Gesundheitsrelevante Staubmassenanteile sind mit einem Staubabscheider oder einem Satz Metallschäume und einem Filter zu messen.

EN 15051-1 bis 3 legen Prüfverfahren für die Messung der gesundheitsrelevanten Massenfraktionen eines mit der rotierenden Trommel oder durch kontinuierlichen Fall erzeugten Staubs fest. Diese Prüfverfahren sind für Schüttgut-Nanomaterialien und Schüttgüter, die Nanoobjekte enthalten, anwendbar.

prEN 17199-4:2017 und prEN 17199-5:2017 legen Prüfverfahren zur Messung des Massenanteils an alveolengängigem Staub eines Schüttgut-Nanomaterials und von Schüttgütern, die Nanoobjekte enthalten, für das Verfahren mit kleiner rotierender Trommel und Vortex-Schüttler fest.

5.3.3 Bestimmung der zahlenbasierten Staubungsverhaltensindizes und Emissionsraten

Die Partikelzahlkonzentration ist mit einem Kondensationspartikelzähler (CPC) zu messen und der zahlenbasierte Staubungsverhaltensindex (Partikel/mg) und die Emissionsrate (Partikel/mg/s) müssen gegebenenfalls aus den CPC-Daten abgeleitet werden.

Die minimal erkennbare Partikelgröße (d_{50} , eine geringere Partikelgröße, bei der der Zählwirkungsgrad 50 % beträgt) des Instruments muss 10 nm und die höchstmöglich erkennbare Partikelgröße sollte ungefähr 1 µm sein. Die Instrumente müssen in einer Konzentration zwischen 0 Partikeln/cm³ und mindestens 100 000 Partikeln/cm³ im Einzelpartikelzählmodus funktionieren. Die Arbeitsflüssigkeit des Instruments muss Alkohol sein. Die Daten müssen in Intervallen von einer Sekunde erfasst werden. Ein alveolengängiger Staubabscheider dürfen am Eingang des CPC platziert werden, um die größeren Partikel zu entfernen und Überlastungen zu verhindern.

Der CPC muss in Übereinstimmung mit ISO 27891 kalibriert und seine Reaktion nach EN 16897 geprüft werden.

5.3.4 Bestimmung der Anzahl der Modi und der Anzahl des/der äquivalenten modalen Durchmesser(s) der zeitlich gemittelten partikelzahlbasierten Größenverteilung

Die zahlenbasierte Partikelgrößenverteilung muss mit einem einzelnen größen aufgelösten Echtzeitinstrument oder einer Kombination aus größen aufgelösten Echtzeitinstrumenten gemessen werden. Die Anzahl der Modi und äquivalenten modalen Durchmesser der integrierten partikelzahlbasierten Größenverteilung für die ersten beiden Modi muss aus den Daten der Echtzeitinstrumente abgeleitet werden. Die Vorrichtung(en) muss/müssen Partikel im Größenbereich zwischen mindestens 10 nm (d_{50}) und 10 µm zählen und erfassen. Ein Staubabscheider oder eine oder mehrere Impaktorplatte(n) darf/dürfen am Eingang der Vorrichtungen platziert werden, um die größeren Partikel zu entfernen und Überlastungen zu verhindern.

Für die rotierende Trommel, die kleine rotierende Trommel und den Vortex-Schüttler ist die Anwendung einer einzelnen Vorrichtung gegenüber zwei Instrumenten vorzuziehen. Die Verfahren mit rotierender Trommel, kleiner rotierender Trommel und Vortex-Schüttler liefern zeitbasierte Verhaltensdaten zur freigesetzten Partikelzahl. Die durch diese Verfahren erzeugten Partikelkonzentrationen sind zeitabhängig und Messungen werden vorgenommen, sobald die Konzentrationen beginnen, sich zu erhöhen. Für diese Verfahren wird die Messung der zahlenbasierten Partikelgrößenverteilung als äquivalenter aerodynamischer Durchmesser in Zeitintervallen von 1 s bevorzugt.

ANMERKUNG 1 Derzeit kann nur der Elektrischer Niederdruckimpaktor (ELPI^{®4)}) diese Anforderung erfüllen.

Für das Verfahren mit kontinuierlichem Fall, das nach einem scharfen Anstieg der Partikelzahlen schnell eine konstante Partikelkonzentration erzeugt, werden Messungen für den Zustand angegeben, in dem die Konzentrationen einen stabilen, konstanten Partikelzahlwert erreicht haben. Für dieses Prüfverfahren wird eine Kombination aus größen aufgelösten Echtzeitinstrumenten (ein scannendes Analysegerät für die differentielle Mobilität der Partikel [SMPS] und ein Aerodynamisches Partikelgrößenspektrometer [en: Aerodynamic Particle Sizer, APS^{®5)}]) bevorzugt.

ISO 15900 muss bei der Messung der Partikelgrößenverteilung mit einem SMPS beachtet werden.

ANMERKUNG 2 ISO 15900 enthält Richtlinien für die Bestimmung der Aerosolpartikelgrößenverteilung durch Analyse der elektrischen Mobilität von Aerosolpartikeln.

Derzeit stehen keine Europäischen oder Internationalen Normen mit Richtlinien für die Bestimmung der Partikelgrößenverteilung durch einen ELPI[®] oder ein APS[®] zur Verfügung.

Der ELPI[®] und APS[®] messen den äquivalenten aerodynamischen Durchmesser von Schwebstoffen, während der SMPS den äquivalenten Durchmesser von Schwebstoffen anhand der elektrischen Mobilität misst. Für die Dichte der Partikel wird standardmäßig ein Wert von 1 g/cm³ und die Form als kugelförmig angenommen, da keine einfache Möglichkeit zur Bestimmung und Handhabung der tatsächlichen Werte besteht.

5.3.5 Bestimmung der Anzahl der Modi und der Anzahl des/der äquivalenten modalen Durchmesser(s) der zeitlich gemittelten massenbasierten Partikelgrößenverteilung

Die Messung der massenbasierten Partikelgrößenverteilung unter Verwendung von Kaskadenimpaktoren ist optional, kann aber zusätzliche Informationen über die zahlenbasierte Partikelgrößenverteilung für das Verfahren mit rotierender Trommel, kleiner rotierender Trommel und Vortex-Schüttler liefern. Niederdruck-Kaskadenimpaktoren mit drei Stufen je Größendekade des äquivalenten aerodynamischen Durchmessers sind zu bevorzugen, um eine gute Auflösung der Größenverteilung des emittierten Aerosols zu erhalten.

Wenn die massenbasierte Partikelgrößenverteilung gemessen wird, müssen die Anzahl der Modi und des/der äquivalenten modalen Durchmesser(s) der partikelmassenbasierten Größenverteilung der ersten beiden Verfahren abgeleitet werden.

Geeignete Sammelplatten müssen für Niederdruck-Kaskadenimpaktoren verwendet werden, um den Rückprall der gemessenen Schwebstoffe zu begrenzen.

-
- 4) ELPI[®] ist der Handelsname oder das Warenzeichen eines von Dekati gelieferten Produkts. Diese Angabe dient nur der Unterrichtung der Anwender dieser Internationalen Norm und stellt keine Anerkennung des genannten Produkts durch CEN dar. Gleichwertige Produkte dürfen verwendet werden, wenn sie nachweisbar zu identischen Ergebnissen führen.
- 5) APS[®] ist der Handelsname oder das Warenzeichen eines von TSI Instruments Ltd. gelieferten Produkts. Diese Angabe dient nur der Unterrichtung der Anwender dieser Internationalen Norm und stellt keine Anerkennung des genannten Produkts durch CEN dar. Gleichwertige Produkte dürfen verwendet werden, wenn sie nachweisbar zu identischen Ergebnissen führen.

5.3.6 Bestimmung der Morphologie und chemische Charakterisierung der gesammelten Schwebstoffe

5.3.6.1 Allgemeines

Die Probenahme und qualitative Analyse der Morphologie und chemischen Zusammensetzung der gesammelten Schwebstoffe durch analytische Offline-Elektronenmikroskopie und substanzspezifische Analyse durch XRF / Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) ist optional, kann jedoch ergänzende Informationen zu den Echtzeit-Instrumenten liefern.

5.3.6.2 Elektronenmikroskopie

Die Probenahme und Sammlung von Schwebstoffen kann auf einem TEM-Trägergitter oder Filter mithilfe von wärme-, präzipitations- oder filtrationsbasierten Vorrichtungen erfolgen.

Die während der Zerstäubung des Prüfmateri als innerhalb der Prüfeinrichtung gesammelten und durch Elektronenmikroskopie analysierten Proben können qualitative Informationen über die Morphologie der aggregierten und agglomerierten Nanoobjekte, die unter Bewegung aus der Pulver-Resuspension erzeugt werden, liefern. Analysen einschließlich der qualitativen Analyse sind in hohem Maße von dem Lastniveau abhängig, sodass die Probenahmedauer, die Durchflussrate der Probenahmeeinrichtung und der Probenahmewirkungsgrad sorgfältig berücksichtigt werden müssen. Es müssen einheitliche Ablagerungen mit minimaler Partikelüberlappung gesammelt werden.

Richtlinien für die Sammlung von Nanoobjekten für die Elektronenmikroskopieverfahren sind in ISO/TR 27628:2007, Anhang A [9] und in ISO/AWI TS 19805 (in Entwicklung) [10] angegeben.

Die Elektronenmikroskopieanalyse darf angewendet werden, um Partikel anhand der Größe und Morphologie zu analysieren. Elektronenmikroskopie ist oftmals mit einem energiedispersiven Röntgensystem für die weitere chemische Spezifizierung erhältlich. Zwei grundlegende Verfahren sind allgemein verfügbar: Durchstrahlungsmikroskopie (TEM) und Rasterelektronenmikroskopie (SEM).

Nach der Sammlung der Schwebstoff-Nanoobjekte sollte das Gitter oder der Filter bei geringer Vergrößerung (z. B. $\times 135$) und mittlerer Vergrößerung (z. B. $\times 5\,600$ bis $\times 11\,000$) untersucht werden. Bei geringer Vergrößerung kann die Homogenität der Ablagerung und Partikelladung qualitativ beobachtet werden. Bei mittlerer Vergrößerung können mittlere und große Agglomerate und Aggregate oder Strukturen beobachtet und abgebildet werden (weniger als 500 nm). Für die Anwesenheit kleiner Strukturen oder von Nanoobjekten und insbesondere von primären Nanoobjekten sollte das Gitter oder der Filter sehr sorgfältig mit sehr starker Vergrößerung untersucht werden.

Sofern ein Schüttgut nur aus einem Stoff besteht, ist die analytische Elektronenmikroskopanalyse nicht erforderlich. Für Schüttgut, das aus verschiedenen Stoffen besteht, kann die Punktelement-/Diffraktionsanalyse oder Abbildung nach Elementen zusätzliche Informationen zur Zusammensetzung der Strukturen und der gesammelten Partikel liefern.

Richtlinien zur Angabe der Ergebnisse der qualitativen analytischen Elektronenmikroskopieanalyse sind in Anhang E enthalten.

5.3.6.3 Substanzspezifische Analyse durch XRF / Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) / Atomemissions-Spektroskopie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-AES)

Die mithilfe eines alveolengängigen Staubabscheiders erfasste Staubmenge an einem Filter nach Teil 3 bis 5 dieser Europäischen Norm oder unter Verwendung eines Metallschaumsatzes nach Teil 2 dieser Europäischen Norm kann durch XRF oder ICP-MS quantitativ auf Metalle untersucht werden. Dies ist relevant, wenn Schüttgüter geprüft werden, die Nanoobjekte auf der Basis von Metall/Metalloxid enthalten.

Die Filter können quantitativ anhand der folgenden Internationalen Normen oder Verfahrensanweisungen analysiert werden: ISO 15202-1 [11], ISO 15202-2 [12], ISO 15202-3 [13], ISO 30011 [14] und [15].

6 Allgemeine Anleitungen

6.1 Konditionierung des Schüttguts

6.1.1 Allgemeines

Die Prüfungen können mit Prüfmaterialien unter festgelegten Bedingungen (6.1.2) oder im erhaltenen Zustand (6.1.3) durchgeführt werden.

6.1.2 Konditionierungs-Spezifikationen

Für Standardprüfungen und Quervergleiche müssen Prüfmaterialien vor der Prüfung bei einer relativen Luftfeuchte (RH) von $(50 \pm 5) \%$ konditioniert werden. Die Konditionierungsdauer richtet sich nach der Menge des zu konditionierenden Schüttguts. Wenn das Prüfverfahren eine große Menge Schüttgut erfordert, sollte das Schüttgut während der Konditionierung in kleinere Mengen aufgeteilt werden. Das Gewicht des Schüttguts sollte während der Dauer der Konditionierung geprüft werden, bis das Schüttgut unter der erforderlichen Feuchte ein konstantes Gewicht erreicht hat.

Tabelle 3 enthält Angaben zur Dauer der Konditionierung des Schüttguts für die vier Prüfverfahren.

Tabelle 3 — Empfohlene Konditionierungszeit der Schüttgüter für die vier Prüfverfahren

Prüfverfahren	Konditionierungszeit
rotierende Trommel	24 h
kontinuierlicher Fall	48 h
kleine rotierende Trommel	12 h
Vortex-Schüttler	12 h

6.1.3 Erhaltener Zustand

Für die Charakterisierung des Schüttgut-Nanomaterials unter Arbeitsplatzbedingungen muss das Schüttgut in der in Verkehr gebrachten oder empfangenen und von dem anschließenden Nutzer verwendeten Form in luftdichten Behältern geliefert werden. Das Material muss in dem erhaltenen Zustand geprüft werden.

6.2 Überprüfung der Probe und Regelung der Umgebungsbedingungen

Die in den Prüfungsmaterialien enthaltenen Nanoobjekte haben eine große spezifische Oberfläche und/oder können empfindlich auf Umgebungsbedingungen wie relative Luftfeuchte, Temperatur und elektrostatische Effekte reagieren.

ANMERKUNG 1 Darüber hinaus werden auch die Eigenschaften des Prüfmaterials (z. B. Feuchtegehalt, Verdichtung, Agglomeration) einen Einfluss auf die Ergebnisse der Messungen des Staubungsverhaltens haben.

Um die Wiederholpräzision der Ergebnisse sicherzustellen, muss sich die Prüfatmosphäre in einem engen Temperatur- und relativen Luftfeuchtebereich bewegen. Die Umgebungsbedingungen sind zu dokumentieren. Folgende Prüfbedingungen sind anzuwenden:

- relative Luftfeuchte (RH): $(50 \pm 5) \%$;
- Temperatur: $(21 \pm 3) ^\circ\text{C}$;
- unter Umständen, unter denen der Einfluss niedriger und hoher relativer Luftfeuchte auf das Staubungsverhalten von Schüttgütern untersucht werden soll, darf die relative Luftfeuchte angepasst werden;
- die Prüfeinrichtung muss elektrisch geerdet sein, um einen Ladungsaufbau zu verhindern.