

DIN EN 17199-3

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 3: Verfahren mit kontinuierlichem Fall;
Deutsche und Englische Fassung prEN 17199-3:2018**

Workplace exposure –

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

Part 3: Continuous drop method;

German and English version prEN 17199-3:2018

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 3: Méthode de la chute continue;

Version allemande et anglaise prEN 17199-3:2018

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 45 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 17199-3:2018.

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 095-03-01 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*

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

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 3 : Méthode de la chute continue

Workplace exposure — Measurement of dustiness of bulk materials that contain or release nano-objects or submicrometer particles — Part 3: Continuous drop method

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm

Dokument-Untertyp:

Dokument-Stage: CEN-Umfrage

Dokument-Sprache: D

STD Version 2.8l

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Einleitung	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	6
4 Symbole und Abkürzungen	6
5 Kurzbeschreibung	7
6 Geräte	7
6.1 Allgemeines	7
6.2 Prüfgeräte	9
7 Anforderungen	12
7.1 Allgemeines	12
7.2 Konditionierung des Prüfmaterials	12
7.3 Überprüfung der Probe und Regelung der Umgebungsbedingungen	12
8 Vorbereitung	12
8.1 Feuchtegehalt des Prüfmaterials	12
8.2 Schüttdichte des Prüfmaterials	12
8.3 Probenahme für analytische oder Abbildungszwecke	12
8.4 Vorbereitung der Untersuchungsprobe	13
8.5 Vorbereitung der Prüfeinrichtung	13
9 Prüfverfahren	13
9.1 Allgemeines	13
9.2 Wiederholung	14
9.3 Prüfungen	15
10 Auswertung der Daten	16
10.1 Bestimmung des zahlenbasierten Staubungsindex und der zahlenbasierten Emissionsrate	16
10.2 Zusätzliche Prüfergebnisse	16
11 Prüfbericht	17
Anhang A (informativ) Beschreibung und charakteristische Eigenschaften des Verfahrens mit kontinuierlichem Fall	18
A.1 Allgemeines	18
A.2 Energiezufuhr und Staubentwicklungsverfahren	18
A.3 Analyseverfahren und Ergebnisse	19
Anhang B (informativ) Beispielabbildung eines CDD-Versuchsaufbaus	20
Literaturhinweise	22

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17199-3:2018) 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 Messung und Charakterisierung des Staubungsverhaltens dient dazu, die Anwender (z. B. Produzenten, Hersteller, Fachkräfte für Arbeitshygiene und Beschäftigte) über das Potential von Staubemissionen zu informieren, die bei Handhabung oder Aufbereitung von Schüttgut am Arbeitsplatz auftreten. Die Hersteller von Schüttgütern, die Nanopartikel enthalten, erhalten hierdurch Informationen, die ihnen helfen können, ihre Produkte zu verbessern und das Staubungsverhalten zu reduzieren. Dies ermöglicht es Benutzern von Schüttgütern, die Nanopartikel enthalten, die erforderlichen Kontrollen und Vorsichtsmaßnahmen für die Handhabung des Materials und die Arbeit mit demselben sowie die Auswirkungen der Vorbehandlungen (z. B. Änderung der Oberflächen- oder chemischen Eigenschaften) zu beurteilen. Darüber hinaus erhalten Benutzer so die Möglichkeit, weniger staubige Produkte auszuwählen, sofern solche Produkte verfügbar sind. Die Partikelgrößenverteilung des Aerosols und die Morphologie und chemische Zusammensetzung seiner Partikel können von Arbeitshygienikern, Wissenschaftlern und Regulierungsbehörden genutzt werden, um das Aerosol eingehender im Hinblick auf die Größe und chemische Zusammensetzung zu charakterisieren und Benutzer so bei der Beurteilung und Kontrolle des Gesundheitsrisikos von Schwebstaub zu unterstützen.

Diese Europäische Norm enthält ausführliche Informationen zu der Gestaltung und Ausführung des Prüfverfahrens mit kontinuierlichem Fall, das zur Messung des Staubungsverhaltens von Schüttgütern, die Nanoobjekte oder Partikel im Submikrometerbereich enthalten oder freisetzen, im Hinblick auf die Staubungsindizes oder Emissionsraten dient. Darüber hinaus charakterisiert dieses Prüfverfahren das emittierte Aerosol durch Messung der Partikelgrößenverteilung und Emissionsrate mithilfe von prozessinternen Verfahren und erfasst Proben für die Offline-Analyse (falls erforderlich) der Morphologie und chemischen Zusammensetzung. Dieses Verfahren verwendet dieselben Stauberzeugungsverfahren und denselben Aufbau einschließlich der Abmessung der Einrichtungen wie in EN 15051-3 festgelegt. Die Bestimmung der einatembaren und alveolengängigen Fraktionen (siehe EN 481 [1]) des freigesetzten Staubs aus Schüttgut-Nanomaterial, das Nanopartikel enthält, erfolgt separat nach EN 15051-1 und EN 15051-3.

Das Verfahren mit kontinuierlichem Fall eignet sich für die Bestimmung der Fähigkeit von Schüttgütern mit Nanomaterialien (in Pulverform), Schwebstoffe (Aerosol) während der Bewegung freizusetzen (das so genannte Staubungsverhalten).

Das Verfahren mit kontinuierlichem Fall simuliert Arbeitsplatz-Szenarien und bildet allgemeine Schüttgut-Handhabungsprozesse ab einschließlich Prozessen, bei denen Material mechanisch oder manuell gekippt, geschüttet, gemischt, geschaufelt, fallengelassen oder auf ähnliche Weise gehandhabt wird.

Das hier dargelegte Verfahren mit kontinuierlichem Fall unterscheidet sich von den Verfahren mit rotierender Trommel, kleiner rotierender Trommel und Vortex-Schüttler respektive nach prEN 17199-2:2017 [2], prEN 17199-4:2017 [3] und prEN 17199-5:2017 [4]. Die rotierende Trommel und die kleine rotierende Trommel führen gleichermaßen wiederholte Schütt- und Rührbewegungen desselben Proben-Nanomaterials aus, während das Verfahren mit Vortex-Schüttler die intensive Bewegung eines Nanomaterials simuliert.

Diese Europäische Norm wurde auf der Grundlage der Ergebnisse vornormativer Forschungen entwickelt [4]. 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 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm enthält die Methodik für die Messung des Staubungsverhaltens von Schüttgütern, die Nanoobjekte oder Partikel im Submikrometerbereich enthalten oder unter wiederholbaren und Standardbedingungen freisetzen, und legt zu diesem Zweck das Verfahren mit kontinuierlichem Fall fest.

Darüber hinaus legt diese Europäische Norm die Auswahl der Instrumente und Vorrichtungen sowie die Verfahren für die Berechnung und Präsentation der Ergebnisse fest. Des Weiteren enthält die Norm eine Anleitung für die Auswertung und Angabe der Daten.

Die in dieser Europäischen Norm festgelegte Methodik ermöglicht

- a) die Messung des Massenanteils an alveolengängigem und einatembarem Staub,
- b) die Messung des zahlenbasierten Staubindex alveolengängiger Partikel im Größenbereich zwischen ungefähr 10 nm und 1 000 nm,
- c) die Messung der zahlenbasierten Emissionsrate alveolengängiger Partikel im Größenbereich zwischen ungefähr 10 nm und 1 000 nm,
- d) die Messung der zahlenbasierten Größenverteilung des freigesetzten Aerosols im Größenbereich zwischen ungefähr 10 nm und 10 µm und
- e) die Sammlung freigesetzter Schwebstoffe in der alveolengängigen Fraktion für anschließende Beobachtungen und Analysen durch analytische Elektronenmikroskopie.

Diese Europäische Norm gilt für die Prüfung einer Vielzahl unterschiedlicher Schüttgüter einschließlich Pulver, Granulate oder Pellets, die Nanoobjekte oder Partikel im Submikrometerbereich in ungebundener, gebundener und unbeschichteter und beschichteter Form enthalten oder freisetzen.

Diese Europäische Norm gilt für alle Schüttgüter, die Nanopartikel enthalten oder während der Handhabung freisetzen.

ANMERKUNG 1 Bisher wurde noch kein zahlenbasiertes Klassifizierungsschema im Hinblick auf Staubungsindizes oder Emissionsraten entwickelt. Schließlich, wenn eine große Anzahl an Messdaten vorliegt, ist beabsichtigt, diese Europäische Norm zu revidieren und ein solches Klassifizierungsschema einzuführen.

ANMERKUNG 2 Die in dieser Europäischen Norm festgelegten Verfahren wurden nicht für Nanofasern und Nanoplättchen beurteilt.

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 13205-2, *Exposition am Arbeitsplatz — Beurteilung der Leistungsfähigkeit von Sammlern für die Messung der Konzentration luftgetragener Partikel — Teil 2: Laborprüfung der Leistungsfähigkeit basierend auf der Bestimmung des Probenahmewirkungsgrads*

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

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

prEN 17199-1:2017, *Exposition am Arbeitsplatz — Messung des Staubungsverhaltens von Schüttgütern, die Nanoobjekte oder Submikrometerpartikel enthalten oder freisetzen — Teil 1: Anforderungen und Auswahl des Prüfverfahrens*

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

EN ISO 13137, *Arbeitsplatzatmosphäre — Pumpen für die personenbezogene Probenahme von chemischen und biologischen Arbeitsstoffen — Anforderungen und Prüfverfahren (ISO 13137)*

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 prEN 17199-1:2017.

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>

4 Symbole und Abkürzungen

APS® ¹⁾	aerodynamisches Partikelgrößenspektrometer (en: Aerodynamic Particle
BET	Brunauer-Emmett-Teller
CDD	Gerät mit kontinuierlichem Fall (en: Continuous Drop Device)
CPC	Kondensationspartikelzähler (en: Condensation Particle Counter)
d_{50}	eine kleinere Partikelgröße, bei der der Zählwirkungsgrad 50 % beträgt
DMA	differentieller Mobilitätsanalysator (en: Differential Mobility Analyser)
NOAA	Nano-Objekte und ihre Aggregate und Agglomerate (en: Nano-objects and their Aggregates and Agglomerates)
RH	relative Luftfeuchte
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)

1) APS® ist der Handelsname oder das Warenzeichen eines von TSI Instruments Ltd. gelieferten Produkts. Diese Information wird für die Annehmlichkeit der Benutzer dieser Internationalen Norm gegeben und stellt keine Billigung des genannten Produkts durch den CEN dar. Gleichwertige Produkte dürfen verwendet werden, wenn diese nachweisbar zu identischen Ergebnissen führen.

5 Kurzbeschreibung

Das in dieser Europäischen Norm beschriebene Verfahren mit kontinuierlichem Fall dient der Messung des Staubungsverhaltens von Schüttgütern, die Nanoobjekte enthalten oder freisetzen, im Hinblick auf

- die gesundheitsrelevante Massenfraktion,
- den zahlenbasierte Staubungsindex, und
- die zahlenbasierte Emissionsrate.

Darüber hinaus legt diese Europäische Norm Verfahren fest, durch die Aerosole weiterhin im Hinblick auf ihre Partikelgrößenverteilung, Morphologie und die chemische Zusammensetzung ihrer Schwebstoffe charakterisiert werden können (siehe Tabelle 1).

Tabelle 1 — Übersicht der Messgrößen, die durch das Verfahren mit kontinuierlichem Fall bestimmt werden können

Messgröße	Spezifisches Verfahren / spezifische Vorrichtung für die Messgröße	Empfohlene/ optionale Messgröße
einatembarer Staubmassenanteil (mg/kg)	Filter nach EN 15051-1 und EN 15051-3	vorgeschrieben
einatembarer Staubmassenanteil (mg/kg)		optional
zahlenbasierter Staubungsindex von Partikeln im Größenbereich zwischen ungefähr 10 nm und 1 µm (1/mg)	CPC ^a für den Partikelgrößenbereich von ungefähr 10 nm bis 1 µm	vorgeschrieben
zahlenbasierte Emissionsrate (1/mg.s)		vorgeschrieben
Anzahl der Modi der zeitlich gemittelten partikelzahlbasierten Größenverteilung als $dN/d\log D_p$	SMPS/APS®-Kombination für den Partikelgrößenbereich zwischen ungefähr 10 nm und 10 µm	vorgeschrieben
Morphologie und chemische Charakterisierung der Nanoobjekte, der Partikel und der Agglomerate/Aggregate	Probenahmeeinrichtungen wie etwa Filter nach EN 15051-1 und EN 15051-3	optional
^a Siehe jedoch auch 6.2.8 für mögliche alternative Lösungen.		

Die Bestimmung des einatembaren und alveolengängigen Massenanteils des freigesetzten Staubs aus einem Schüttgut, das Nanopartikel enthält, kann in demselben Prüfdurchlauf nach EN 15051-1 und EN 15051-3 erfolgen.

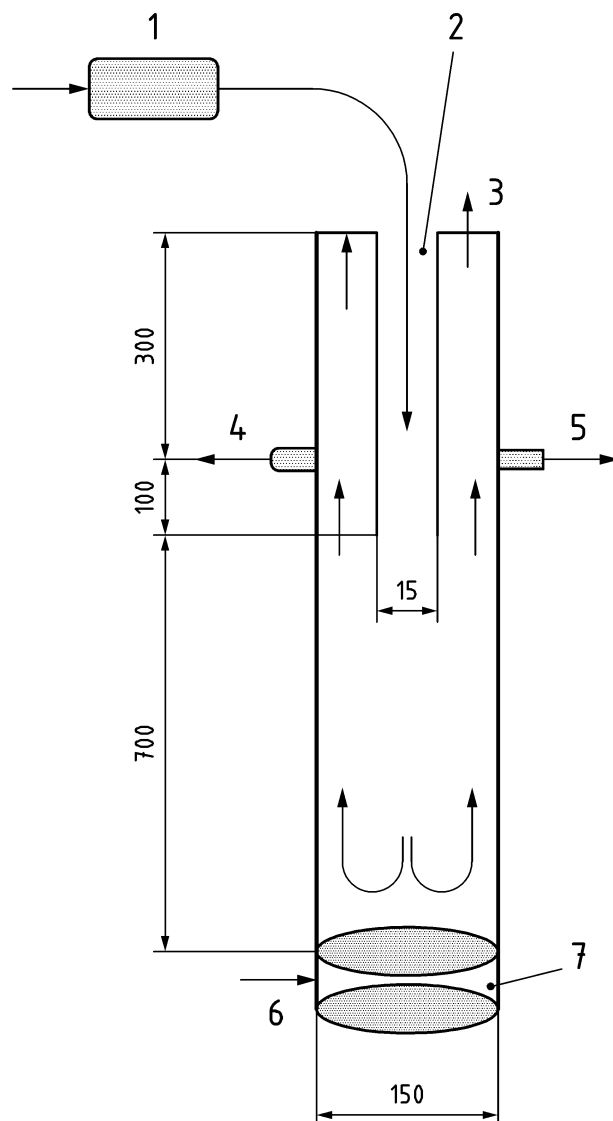
6 Geräte

6.1 Allgemeines

Der Prüfaufbau muss alle Anforderungen nach EN 15051-3 erfüllen.

Bild 1 zeigt die erforderliche Prüfeinrichtung zur Bestimmung des Staubungsverhaltens durch das Verfahren mit kontinuierlichem Fall.

Anhang B enthält eine Beispielabbildung eines experimentellen Prüfaufbaus.



Legende

- 1 Aufgabeeinrichtung (6.2.2)
- 2 Fallrohr (6.2.3)
- 3 Hauptpumpe
- 4 Probenahmegerät für die gravimetrische Analyse (6.2.7), z. B. Staubabscheider für die alveolengängige Fraktion
- 5 Online-Monitore
- 6 konditionierte Luft, 53 l/min
- 7 Aufnahmebehälter (6.2.6) für gefallenenes Pulver/Prüfung der Speiserate

Bild 1 — Prüfeinrichtung

6.2 Prüfgeräte

Übliche Laborgeräte und insbesondere Folgendes.

6.2.1 Gerät mit kontinuierlichem Fall, mit Eigenschaften nach EN 15051-3.

6.2.2 Aufgeber, mit

- a) einem **Probenbehälter**, der ausreichend groß ist, um das gesamte Volumen der Prüfsubstanz für den gesamten Prüfdurchlauf aufzunehmen;
- b) einer **Messeinrichtung**, die die Zusammensetzung und die Eigenschaften des Prüfmaterials nicht z. B. durch Verdichtung oder andere mechanische Prozesse verändert oder falls eine gewisse Beeinflussung unvermeidbar ist, sollte diese minimiert werden.

Die Messeinrichtung muss mindestens für Massendurchflüsse im vorgesehenen Bereich zwischen 3 g/min und 30 g/min und sollte auch für kleinere Massendurchflüsse geeignet sein.

Der gesamte Aufgeber muss aus inertem Material wie etwa Edelstahl bestehen. Der Aufgeber muss während der Versuche verschlossen werden und keine Luft darf während der Versuche über den Aufgeber in das System entweichen.

ANMERKUNG Eine Vibrationsrinne mit einstellbarer Speiserate hat sich in dieser Anwendung bewährt.

6.2.3 Fallrohr, mit einem Innendurchmesser von 15 mm

Das Fallrohr muss aus inertem und elektrisch leitfähigem Material wie etwa Edelstahl bestehen.

Das Fallrohr besteht aus einem dünnwandigen Rohr.

6.2.4 Gegenstromrohr, rund, mit einem Innendurchmesser von 150 mm

Das Gegenstromrohr muss aus inertem und elektrisch leitfähigem Material wie etwa Edelstahl bestehen. In dem Gegenstromrohr muss eine vertikale Luftgeschwindigkeit von 0,053 m/s, gemessen unter dem Ende des Fallrohrs (6.2.3), erzeugt werden. Es ist besonders wichtig, dass eine konstante vertikale Luftgeschwindigkeit von 0,053 m/s als Summe der Durchflussrate der Hauptpumpe und aller für die Prüfungen verwendeten Probenahme-/Messeinrichtungen aufrechterhalten wird. Für diesen Zweck muss ein geeignetes Instrument (z. B. ein Massendurchflussregler [6.2.5]) zur Regelung des durch die Hauptpumpe erzeugten Luftstroms vorhanden sein.

Das Gegenstromrohr muss mit geeigneten Öffnungen/Prüfköpfen für den Anschluss der Probenahme-einrichtungen ausgestattet sein. Alle Öffnungen müssen sich auf einer Messebene befinden (d. h. in einem identischen Abstand zur Messeinrichtung 100 mm über dem Ende des Fallrohrs). Die Öffnungen müssen symmetrisch um das Fallrohr herum angeordnet sein (d. h. wenn z. B. zwei Öffnungen benötigt werden, müssen diese einander gegenüber liegen, werden drei Öffnungen benötigt, müssen diese in einem Winkel von 120° zueinander angeordnet sein). Darüber hinaus müssen die verwendeten Geräte im Fall unterschiedlicher Probenahmedurchflussraten so ausgerichtet sein, dass eine möglichst homogene Verteilung der Probenahmedurchflüsse (aus dem Gegenstromrohr) gewährleistet ist, um inhomogene Hebeluftströme in der Nähe des Endes des Fallrohrs zu vermeiden.

6.2.5 Massendurchflussregler, oder ein anderes geeignetes Instrument zur Regelung des durch die Hauptpumpe erzeugten Luftstroms

6.2.6 Aufnahmebehälter, aus inertem Material, z. B. Edelstahl

Der Aufnahmebehälter für das gefallene Pulver muss an dem Gegenstromrohr (6.2.4) montiert werden. Es dient zum Auffangen der herabfallenden Masse und muss daher für eine Wägung geeignet sein.

Darüber hinaus muss die Außenluft, die den Luftstrom nach oben in dem Gegenstromrohr (6.2.4) erzeugt, mithilfe eines geeigneten Filters (eine Sollpartikelzahlkonzentration von weniger als 20 Partikeln/cm³ muss sichergestellt sein) von Umgebungspartikeln befreit werden und durch den Sammelbehälter strömen.

6.2.7 Probenahmegerät für die gravimetrische Analyse, nach EN 15051-3

Die Probenahme der alveolengängigen Fraktion des Aerosols muss nach EN 13205-2 erfolgen und die betreffenden Pumpen müssen die Anforderungen nach EN ISO 13137 erfüllen.

6.2.8 Kondensationspartikelzähler (CPC), oder ein anderes Echtzeitinstrument für die Partikelzahlkonzentration mit erkennbarem Partikelgrößenbereich zwischen 10 nm und 1 µm

Die Partikelzahlkonzentration muss mit einem Kondensationspartikelzähler (CPC) während der drei tatsächlichen Prüfdurchläufe gemessen und die Ergebnisse müssen gemittelt werden. Darüber hinaus oder alternativ dürfen die mit den SMPS- und APS®-Geräten ermittelten kumulierten Zahlengrößenverteilungen verwendet werden, um die Partikelzahlenkonzentrationen über bestimmte Partikelgrößenbereiche zu berechnen (siehe 6.2.9). Dies ist in Fällen erforderlich, in denen das CPC aufgrund sehr hoher Partikelkonzentrationen in der Prüfatmosphäre nicht anwendbar ist. Die Anwendung eines Vorabscheiders wie etwa eines Staubabscheiders zur Entfernung größerer Partikel ist in diesem Fall nicht empfohlen, da dies zu unbeabsichtigten Partikelverlusten führen kann. Durch die Anwendung eines SMPS-Geräts stehen spezifische Informationen für den ultrafeinen Partikelgrößenbereich (14 nm bis 700 nm) zur Verfügung. Durch die Anwendung eines APS®-Geräts stehen Informationen zum Größenbereich von Agglomeraten und Aggregaten für den Größenbereich der alveolengängigen und thorakalen Fraktion zur Verfügung.

ANMERKUNG Andere Instrumente und Instrumentenkombinationen können anwendbar sein, wurden aber bisher noch nicht erfolgreich geprüft. Diese werden im Text als CPC (6.2.8) bezeichnet.

Der CPC muss mit den folgenden Parametern betrieben werden:

- die minimale erkennbare Partikelgröße (d_{50}) des Instruments muss 10 nm betragen;
- die höchstmögliche erkennbare Partikelgröße muss ungefähr 1 µm betragen;
- die Arbeitsflüssigkeit des Instruments muss Alkohol sein;
- die Daten müssen in Intervallen von einer Sekunde erfasst werden.

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

6.2.9 Echtzeitinstrumente für zahlenbasierte Partikelgrößenverteilung (zeitaufgelöstes Instrument)

Ein SMPS- und ein APS®-Gerät werden verwendet, um die zahlenbasierte Größenverteilung während der Wiederholungsprüfungen zu messen. Die Auswahl der Durchflussparameter ist für das SMPS-Gerät von größter Bedeutung. Die Verbindung der Größenverteilungen des SMPS- und APS®-Geräts setzt diesem Aspekt bestimmte Grenzen. Andererseits muss der Aerosoldurchfluss über einen bestimmten numerischen Wert eingestellt werden und das Verhältnis der Aerosoldurchflussrate zu der Manteldurchflussrate muss im Bereich zwischen 1 : 3 und 1 : 5 liegen.

ANMERKUNG Versuche haben gezeigt, dass eine erhebliche Mangelprobenahme (ein bis zwei Größenordnungen) auftreten kann, wenn der Probenahmedurchfluss des Aerosols zu dem DMA weniger als 0,7 l/min beträgt. Oberhalb von 0,9 l/min wurde keine wesentliche Erhöhung der Partikelkonzentration beobachtet.

Um die Partikelgrößenverteilung zu messen, muss das SMPS-Gerät mit den folgenden experimentellen Parametern betrieben werden:

- DMA-Aerosoldurchflussrate (l/min) : Manteldurchflussrate (l/min) = 0,9 : 4,5 (alternativ 1,5 : 4,5), Butanol CPC. Die genauen Durchflussraten müssen in dem Prüfbericht nach Abschnitt 6 dieser Europäischen Norm angegeben werden;
- Scandauer 120 s, herunterfahren 30 s, Pause 30 s, gesamt 180 s;
- Mehrfachladungskorrektur aus;
- Diffusionsverlustkorrektur aus;
- Nanopartikelaggregat-Mobilitätsanalyse aus.

Das APS[®] muss mit einem geeigneten Verdünnungssystem betrieben werden, wenn die von dem APS[®] erkannte kumulative Partikelkonzentration mehr als 2 000 Partikel/cm³ beträgt.

Um die Partikelgrößenverteilung im alveolengängigen Bereich zu messen, muss der APS[®] mit den folgenden experimentellen Parametern betrieben werden:

- Durchflussrate 1 l/min oder 5 l/min mit einem Verdünnern;

Wenn der APS[®] mit einem Verdünnern mit einer Durchflussrate von 5 l/min betrieben wird, ist die Ausrichtung der Probenahmeöffnungen äußerst wichtig. Die geeigneten Parameter für eine repräsentative (isokinetische) Probenahme sollten eingehalten werden.

- der Eingang des Probenahmerohrs muss mindestens 2 cm von der äußeren Wand und der Fallrohrwand entfernt platziert werden, um Wandeinwirkungen auf die Probenahme zu verhindern;
- die Probenahmesequenz des APS[®] muss mit der Abtastsequenz des SMPS übereinstimmen;
- Probenahmedauer zwischen 10 s und 20 s;
- Dichteeinstellung 1 g/cm³, Stokes-Korrektur aus.

Eine geeignete Rechensoftware (z. B. durch den Hersteller zur Verfügung gestellt) sollte verwendet werden, um die SMPS- und APS[®]-Daten so einzustellen, dass eine quasi-kontinuierliche Größenverteilung über den gesamten Partikelbereich erreicht wird.

Die Zahlengrößenverteilungen der drei Durchläufe werden gemittelt.

7 Anforderungen

7.1 Allgemeines

Es sind die in prEN 17199-1:2017 dargelegten allgemeinen Verfahren anzuwenden.

7.2 Konditionierung des Prüfmaterials

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.

Für Standardprüfungen und Quervergleiche müssen Prüfmaterialien vor der Prüfung bei einer relativen Feuchte von $(50 \pm 5) \%$ konditioniert werden. Die empfohlene Konditionierungszeit der Prüfprobe des Schüttguts für das Verfahren mit kontinuierlichem Fall muss mindestens 48 h betragen.

7.3 Überprüfung der Probe und Regelung der Umgebungsbedingungen

Die Nanopartikel haben eine große spezifische Oberfläche und können empfindlich auf Umgebungsbedingungen wie Feuchte, Temperatur und elektrostatische Effekte reagieren. Um einen sinnvollen Vergleich zwischen Materialien zu ermöglichen, muss die Prüfatmosphäre daher in einem engen Temperatur- und Feuchtebereich gehalten werden. Die Umgebungsbedingungen müssen in allen Fällen gemessen und dokumentiert werden.

Folgende Prüfbedingungen sind anzuwenden:

- mittlere relative Luftfeuchte (RH): $(50 \pm 5) \%$;
- Temperatur: $(21 \pm 3) ^\circ\text{C}$.

Die Prüfeinrichtung muss elektrisch geerdet sein, um einen Ladungsaufbau zu verhindern.

8 Vorbereitung

8.1 Feuchtegehalt des Prüfmaterials

Der Feuchtegehalt des Schüttguts muss nach prEN 17199-1:2017 bestimmt und dokumentiert werden.

8.2 Schüttdichte des Prüfmaterials

Die Schüttdichte des Prüfmaterials muss nach prEN 17199-1:2017 bestimmt und dokumentiert werden.

8.3 Probenahme für analytische oder Abbildungszwecke

Wenn die Erfassung einer Probe alveolengängigen oder einatembaren Staubs vorgesehen ist, muss die Probenahme zur Analyse- oder Abbildungszwecken respektive nach EN 15051-3 durchgeführt werden. Falls erforderlich, müssen die in EN 15051-3 festgelegten Filtermaterialien verwendet werden. Für die Sammlung von Nanopartikeln zur Probenahme, z. B. für die Sichtprüfung (z. B. SEM) oder verschiedene andere Analyseverfahren (z. B. BET-Analyse) können andere Kriterien relevant sein. Alle relevanten Auswahlen müssen im Prüfbericht angegeben werden.