

**DIN EN 17199-4**

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 4: Verfahren mit kleiner rotierender Trommel;  
Deutsche und Englische Fassung prEN 17199-4:2018**

Workplace exposure –

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

Part 4: Small rotating drum method;

German and English version prEN 17199-4:2018

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 4: Méthode impliquant l'utilisation d'un petit tambour rotatif;

Version allemande et anglaise prEN 17199-4:2018

**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](http://www.din.de/go/entwuerfe) bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter [www.entwuerfe.normenbibliothek.de](http://www.entwuerfe.normenbibliothek.de), sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an [nasg@din.de](mailto:nasg@din.de) möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter [www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe](http://www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe) oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter [www.dke.de/stellungnahme](http://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 51 Seiten

DIN-Normenausschuss Sicherheitstechnische Grundsätze (NASG)



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

*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 4 : Méthode impliquant l'utilisation d'un petit tambour rotatif*

*Workplace exposure — Measurement of dustiness of bulk materials that contain or release nano-objects or submicrometer particles — Part 4: Small rotating drum 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.....                                                                                                        | 9     |
| 6.1 Allgemeines .....                                                                                                | 9     |
| 6.2 Prüfgeräte.....                                                                                                  | 9     |
| 7 Anforderungen an die Probenkonditionierung und Umgebungskontrolle .....                                            | 13    |
| 7.1 Allgemeines .....                                                                                                | 13    |
| 7.2 Lagerungsbedingungen .....                                                                                       | 13    |
| 7.3 Temperatur und relative Luftfeuchte .....                                                                        | 13    |
| 8 Vorbereitung der Prüfung des Staubungsverhaltens.....                                                              | 13    |
| 8.1 Wägen der Filter .....                                                                                           | 13    |
| 8.2 Entnahme von Proben aus dem Schüttgut.....                                                                       | 13    |
| 8.3 Herstellung der Prüfproben .....                                                                                 | 14    |
| 8.4 Bestimmung der Eigenschaften der Probe.....                                                                      | 14    |
| 8.5 Vorbereitung der Prüfeinrichtung .....                                                                           | 14    |
| 8.6 Vorbereitung der Instrumente und Probenahmeeinrichtungen .....                                                   | 14    |
| 9 Prüfverfahren .....                                                                                                | 15    |
| 9.1 Allgemeines .....                                                                                                | 15    |
| 9.2 Prüfablauf für die Durchführung einer Staubungsverhaltensprüfung.....                                            | 17    |
| 9.3 Auswahl der für die dreifache SRD-Staubungsverhaltensprüfung zu verwendenden<br>Menge.....                       | 18    |
| 9.3.1 Allgemeines .....                                                                                              | 18    |
| 9.3.2 Auswahl von 6 g Prüfmaterial.....                                                                              | 19    |
| 9.3.3 Auswahl von mehr als 6 g Prüfmaterial .....                                                                    | 19    |
| 9.3.4 Auswahl von weniger als 6 g Prüfmaterial.....                                                                  | 20    |
| 9.4 Reinigung zwischen Durchläufen .....                                                                             | 20    |
| 9.5 Reinigung der Einrichtungen nach Abschluss einer Staubungsverhaltensprüfung .....                                | 21    |
| 10 Auswertung der Daten.....                                                                                         | 21    |
| 10.1 Nutzung von ELPI <sup>®</sup> -Daten.....                                                                       | 21    |
| 10.2 Nutzung von CPC-Daten.....                                                                                      | 22    |
| 10.3 Massenbasierter alveolengängiger Staubungsindex.....                                                            | 22    |
| 10.4 Durch den ELPI <sup>®</sup> ermittelte aerodynamische Größenmodi (aerodynamischer $D_p$ , $\mu\text{m}$ ) ..... | 22    |
| 10.5 Zahlenbasierter Staubungsindex.....                                                                             | 23    |
| 10.6 Kinetik des Staubungsverhaltens .....                                                                           | 23    |
| 10.7 Erforderliche Zeit zur Erreichung von 50 % der freigesetzten Partikelzahl während der<br>Prüfung .....          | 23    |
| 11 Prüfbericht.....                                                                                                  | 24    |
| Literaturhinweise.....                                                                                               | 25    |

## Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17199-4:2018) 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 Eigenschaften des Staubungsverhaltens im Hinblick auf den massenbasierten alveolengängigen Staubungsgrad, die Partikelzahlerzeugungsrate und die Größenverteilung liefern Benutzern (z.B. Herstellern, Erzeugern, Arbeitshygienikern und Arbeitnehmern) Informationen über die Fähigkeit des Pulvers, Feinstaub während der Handhabung freizusetzen, und über seine Staub- und Staubungsverhaltens-eigenschaften [4], [5], [6]. Während der alveolengängige Staubindex dem für die meisten der aktuell verwendeten Expositionsgrenzwerte verwendeten Messwert entspricht, können Informationen zur integrierten Zahlen- und Größenverteilung sowie zur Kinetik der Staubfreisetzung eine große Hilfe für Schüttguthersteller bei der Verbesserung ihrer Produkte und für Benutzer bei der Auswahl des am besten geeigneten Materials unter Berücksichtigung ihrer Nutzung und ihrer Risikomanagementmaßnahmen sein. [7] bietet ein Beispiel dafür, wie eine Reihe von Staubungsverhaltensdaten für die Auswahl des am besten geeigneten Materials in einer Produktion genutzt werden kann.

Diese Europäische Norm enthält ausführliche Informationen zu der Gestaltung und Ausführung des Prüfverfahrens mit kleiner rotierender Trommel, das das alveolengängige Staubungsverhalten feststofflicher Schüttgüter mit Nanomaterialien im Hinblick auf die Partikelzahl, die Partikelgrößenverteilung, die Kinetik des Staubungsverhaltens, die Partikelmorphologie und die chemische Zusammensetzung charakterisiert.

Das Verfahren mit kleiner rotierender Trommel wurde entwickelt, um die Handhabungsprozesse allgemeiner Schüttgüter nachzubilden, einschließlich der Prozesse, in denen das Schüttgut gekippt, geschüttet, gemischt, geschaufelt, fallengelassen oder auf ähnliche Weise mechanisch oder von Hand gehandhabt wird.

Das hier dargelegte Verfahren mit kleiner rotierender Trommel unterscheidet sich von den respektive in prEN 17199-2:2018 [1], prEN 17199-3:2018 [2] und prEN 17199-5:2018 [3] präsentierten Verfahren mit rotierender Trommel, kontinuierlichem Fall und Vortex-Schüttler. Bei den Verfahren mit rotierender Trommel und kleiner rotierender Trommel wird dasselbe Proben-Nanomaterial wiederholt gegossen oder bewegt. Das Verfahren mit kontinuierlichem Fall simuliert eine kontinuierliche Zufuhr des Nanomaterials, während das Verfahren mit Vortex-Schüttler eine starke Bewegung eines Nanomaterials simuliert.

Diese Europäische Norm wurde auf der Grundlage der Ergebnisse vornormativer Forschungen entwickelt [8]. Dieses Projekt untersuchte das Staubungsverhalten von zehn Schüttgütern einschließlich neun Schüttgutnanomaterialien, um eine möglichst große Vielfalt an Schüttgutnanomaterialien im Hinblick auf die Größenordnung des Staubungsverhaltens, die chemische Zusammensetzung und die primäre Partikelgrößenverteilung auf der Grundlage einer hohen Oberflächenbandbreite zu prüfen. Im Anschluss wurde die Probenahmestrecke optimiert, um die Staubübertragung zu verbessern, erhebliche Verluste im System zu vermeiden und die Probenahme an die Effizienz des Prototyps nach [4] und EN 15051-2 [9] anzunähern.

## 1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm enthält die Methodik für die Messung und Charakterisierung 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 kleiner rotierender Trommel 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 Berechnung des Massenanteils an alveolengängigem Staub,
- b) die Messung des zahlenbasierten Staubindex alveolengängiger Partikel im Größenbereich zwischen ungefähr 10 nm und 1 000 nm,
- c) die Messung der zahlenbasierten Größenverteilung des freigesetzten Aerosols im Größenbereich zwischen ungefähr 10 nm und 10 µm,
- d) die Quantifizierung der ersten Staubemissionsrate und der Dauer bis zur Erreichung von 50 % der während der Prüfung freigesetzten Gesamtpartikelzahl und
- e) die Charakterisierung des Aerosols auf der Grundlage seiner Partikelgrößenverteilung und der Morphologie und chemischen Zusammensetzung seiner Partikel.

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.

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

ANMERKUNG 2 Das Verfahren mit kleiner rotierender Trommel wurde angewendet, um das Staubungsverhalten verschiedener Materialien, einschließlich Nanopartikeloxide, Nanoplättchen, Organokaolin, Ton, Kohlen schwarz, Graphit, Carbon-Nanoröhrchen, organischer Pigmente und pharmazeutischer aktiver Inhaltsstoffe zu prüfen. Das Verfahren ermöglicht daher nachweislich die Prüfung vieler verschiedener Materialien, die Nanomaterialien als Hauptkomponente enthalten können.

## 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 481, *Arbeitsplatzatmosphäre — Festlegung der Teilchengrößenverteilung zur Messung luftgetragener Partikel*

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*

prEN 17199-1:2018, *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*

ISO 15767, *Workplace atmospheres — Controlling and characterizing uncertainty in weighing collected aerosols*

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 17199-1:2018.

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**

|                     |                                                                                             |
|---------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------|
| CPC                 | Kondensationspartikelzähler (en: Condensation Particle Counter)                             |
| $d_{50}$            | eine kleinere Partikelgröße, bei der der Zähl- oder Probenahmewirkungsgrad 50 % beträgt     |
| ELPI <sup>®1)</sup> | elektrischer Niederdruckimpaktor (en: Electrical Low Pressure Impactor)                     |
| EM                  | Elektronenmikroskopie (en: Electron Microscopy)                                             |
| FTIR                | Fourier-Transformations-Infrarotspektrometer (en: Fourier Transform Infra-Red Spectroscopy) |
| GC                  | Gaschromatographie (en: Gas Chromatography)                                                 |
| HEPA                | Hochleistungspartikelfilter (en: High Efficiency Particulate Arrestance)                    |
| HPLC                | Hochleistungsflüssigkeitschromatographie (en: High Performance Liquid Chromatography)       |
| ICP                 | Induktiv gekoppeltes Plasma (en: Inductive Coupled Plasma)                                  |

---

1) ELPI<sup>®</sup> ist der Handelsname oder das Warenzeichen eines von Dekati gelieferten Produkts. Diese Information wird für die Annehmlichkeit der Benutzer dieser Europäischen Norm gegeben und stellt keine Billigung des genannten Produkts durch den CEN dar. Gleichwertige Produkte dürfen verwendet werden, wenn sie nachweisbar zu identischen Ergebnissen führen.

|       |                                                                                                       |
|-------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| ID    | Innendurchmesser                                                                                      |
| LOQ   | Bestimmungsgrenze (en: Limit Of Quantification)                                                       |
| MS    | Massenspektrometrie (en: Mass Spectrometry)                                                           |
| PGR   | Partikelzählerzeugungsrate (en: Particle number Generation Rate)                                      |
| Raman | Raman-Spektroskopie                                                                                   |
| RH    | relative Luftfeuchte                                                                                  |
| SEM   | Rasterelektronenmikroskopie (en: Scanning Electron Microscopy)                                        |
| SRD   | Kleine rotierende Trommel (en: Small Rotating Drum)                                                   |
| TEM   | Durchstrahlungsmikroskop bzw. Transmissionselektronenmikroskop (en: Transmission Electron Microscopy) |
| XRF   | Röntgenfluoreszenz (en: X-ray fluorescence)                                                           |

## 5 Kurzbeschreibung

Das in dieser Europäischen Norm festgelegte Verfahren mit kleiner rotierender Trommel dient der Messung des Staubungsverhaltens von Schüttgütern, die Nanoobjekte enthalten oder freisetzen, im Hinblick auf

- den Massenanteil an alveolengängigem Staub,
- die zahlenbasierten Staubungsindizes,
- die zahlenbasierten Emissionsraten und
- den Zeitraum zur Erzeugung von 50 % der emittierten Partikelzahlen.

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.

Weiterhin werden die Probenahmen zum Zweck der und die Ausführung der qualitativen oder quantitativen Analyse der Morphologie und der chemischen Zusammensetzung der gesammelten Schwebstoffe mit Nanostruktur festgelegt. Die Durchführung dieser Analysen ist optional, kann aber die Bestätigung der Größen der erzeugten Partikel und zusätzlich zu den Echtzeitinstrumenten weitere Informationen liefern.

Tabelle 1 enthält

- einen Überblick der verschiedenen Messgrößen,
- Angaben, ob die Bestimmung dieser Messgrößen vorgeschrieben ist oder nicht, und
- die zur Bestimmung einer Messgröße erforderlichen Aerosol-Instrumente und Probenahmeeinrichtungen.

**Tabelle 1 — Messgrößen, Aerosol-Instrumente/Probenahmeeinrichtungen und damit verbundene Empfehlungen für das Verfahren mit kleiner rotierender Trommel**

| Messgröße                                                                                                                                                                                      | Spezifisches Verfahren / spezifische Vorrichtung für die Messgröße                                                                                                                  | Vorgeschrieben/optional                                                                                                                                                                          |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| massenbasierter alveolengängiger Staubungsindex (mg/kg)                                                                                                                                        | prozessinterne Probenahme des Staubs an PTFE- oder PVC-Filter unter Verwendung eines Staubvorabscheiders, der die Konvention für die Probenahme für alveolengängigen Staub erfüllt. | vorgeschrieben                                                                                                                                                                                   |
|                                                                                                                                                                                                |                                                                                                                                                                                     | optional<br>Filter dürfen je nach Anforderungen und Eignung der Probe nach dem Wiegen unter Verwendung der XRF, ICP-MS, GC-MS, HPLC-MS, FTIR und Raman-Spektrometrie chemisch analysiert werden. |
| zahlenbasierter Staubindex alveolengängiger Partikel im Größenbereich zwischen ungefähr 10 nm und 1 000 nm (1/mg)                                                                              | Kondensationspartikelzähler (CPC) – alkoholbasiert                                                                                                                                  | vorgeschrieben                                                                                                                                                                                   |
| zahlenbasierte Emissionsrate alveolengängiger Partikel im Größenbereich zwischen ungefähr 10 nm und 1 000 nm (1/mg/s)                                                                          | Kondensationspartikelzähler (CPC) – alkoholbasiert                                                                                                                                  | vorgeschrieben                                                                                                                                                                                   |
| zahlenbasierte anfängliche Staubungskinetik unter Berücksichtigung der freigesetzten Anzahl der Partikel im Bereich zwischen ungefähr 10 nm und 1 000 nm (1/s <sup>2</sup> )                   | Kondensationspartikelzähler (CPC) – alkoholbasiert                                                                                                                                  | vorgeschrieben                                                                                                                                                                                   |
| zeitbasierte Staubungskinetik beurteilt als erforderlicher Zeitraum zur Erzeugung von 50 % der Gesamtzahl der freigesetzten Partikel im Größenbereich zwischen ungefähr 10 nm bis 1 000 nm (s) | Kondensationspartikelzähler (CPC) – alkoholbasiert                                                                                                                                  | vorgeschrieben                                                                                                                                                                                   |
| Anzahl der Modi der zeitlich gemittelten partikelzahlbasierten Größenverteilung als $dN/d\log D_p$                                                                                             | direktmessender zahlenbasierter elektrischer Niederdruck-Kaskadenimpaktor zur Messung von Partikeln im Größenbereich zwischen 10 nm und 10 000 nm                                   | vorgeschrieben                                                                                                                                                                                   |
| äquivalente Durchmesser der zeitlich gemittelten partikelzahlbasierten Größenverteilungen als $dN/d\log D_p$                                                                                   |                                                                                                                                                                                     | vorgeschrieben                                                                                                                                                                                   |
| Anzahl der Modi der zeitlich gemittelten massenbasierten Größenverteilung als $dM/d\log D_p$                                                                                                   | Kaskadenimpaktor                                                                                                                                                                    | optional                                                                                                                                                                                         |
| Äquivalente modale Durchmesser der zeitlich gemittelten massenbasierten Größenverteilung als $dM/d\log D_p$                                                                                    |                                                                                                                                                                                     | optional                                                                                                                                                                                         |
| Morphologie-Charakterisierung der Nanoobjekte, der Partikel und der Agglomerate und Aggregate                                                                                                  | z. B. ein TEM-Gitterhalter ausgestattet mit einem TEM-Gitter aus poröser Carbonfolie                                                                                                | optional<br>Partikel an TEM-Gittern dürfen mit Durchstrahlungs- (TEM) oder Rasterelektronenmikroskopie analysiert werden.                                                                        |

## 6 Geräte

### 6.1 Allgemeines

Bild 1 bietet ein schematisches Beispiel für eine Prüfeinrichtung mit kleiner rotierender Trommel, die mit einem Bypass-Rohr zur Umgehung der Prüfatmosphäre während der Vorbereitung und Reinigung der kleinen rotierenden Trommel konfiguriert ist.

### 6.2 Prüfgeräte

Übliche Laborgeräte und insbesondere die folgenden.

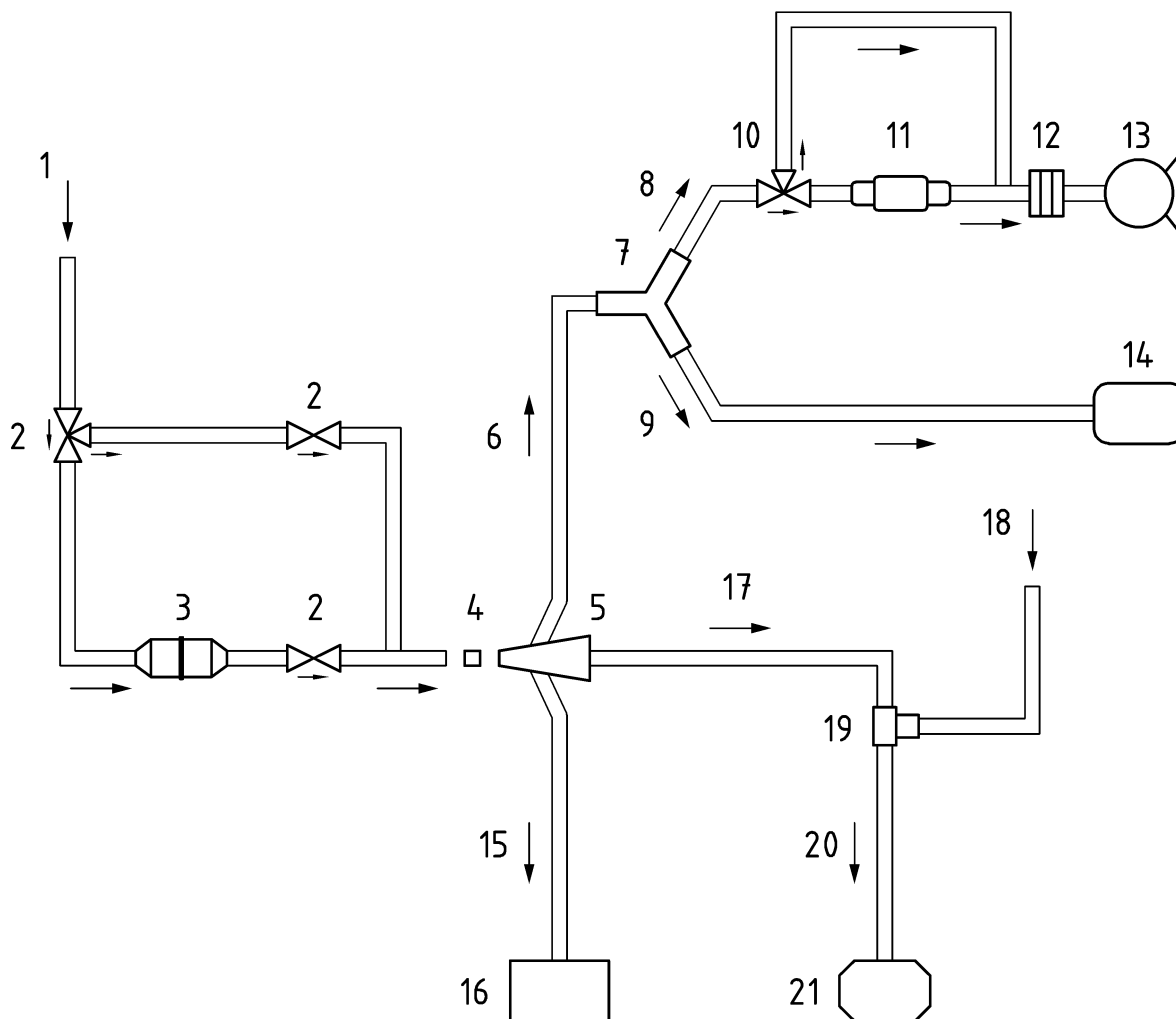
**6.2.1 Kleine rotierende Trommel**, bestehend aus den im Einzelnen in 6.2.2 bis 6.2.12 beschriebenen Komponenten.

Die kleine Trommel besteht aus einem zylindrischen Teil mit einem Radius von 8,15 cm und einer Länge von 23 cm sowie zwei um 45° verkürzten kegelförmigen Enden mit einer Mittentiefe von 6,3 cm (siehe Bild 1). Diese Abmessungen ergeben ein Gesamtvolumen von ungefähr 5,675 l. Der zylindrische Teil der Trommel enthält drei Pulverhebeschaufeln (2 cm × 22,5 cm) in einem Abstand von 120° zueinander. Die inneren Oberflächen müssen poliert sein, um ein arithmetisch gemitteltes Rauheitsprofil von 0,19 µm zu erreichen, das durch Vibrationsgleitschleifen erzielt werden kann. Die Trommel wird über einen Zahnriemen gedreht, der mit einem programmierbaren Elektromotor verbunden ist.

Die Volumenstrombilanz ist wie folgt zu berechnen:

- $Q_E$  ist 10 l/min zu dem ELPI®;
- $Q_A = Q_{B1} + Q_{B2} + Q_C$ ;
- $Q_C + Q_D = Q_E = 10 \text{ l/min}$ .

Wenn Messsysteme und Probenahmesysteme mit unterschiedlichen Volumenströmen verwendet werden, muss der gesamte Probenahmestrang neu gestaltet werden, um eine isokinetische (oder zumindest annähernd isokinetische) Probenahme zu ermöglichen. Siehe auch 6.2.4. Massenflussregler sollten eingesetzt werden, um einen stabilen Volumenstrom feuchter Luft zur Lieferung von  $Q_A$  und  $Q_D$  zu ermöglichen.



### Legende

- 1 Temperatur- und RH-kontrollierte Prüfatmosfera wird mit  $Q_A = 11 \text{ l/min}$  in das Prüfsystem geleitet
- 2 Ventile zur Leitung des Luftstroms durch die oder zur Umgehung der kleine(n) rotierende(n) Trommel
- 3 kleine rotierende Trommel (Innendurchmesser des Eingangs- und Ausgangsrohrs 20,25 mm)
- 4 dicht sitzender Edelstahl-Rohrverbinder (mit einem Innendurchmesser von 20,25 mm)
- 5 Dreiwege-Durchfluss-Splitter (Verbindung zur Staubübertragungsleitung mit einem Innendurchmesser von 20,25 mm)
- 6 Probenahmerohr für den Probenahmeabscheider für alveolengängigen Staub für die isokinetische Probenahme mit  $Q_{B1} = 4,2 \text{ l/min}$  unter Verwendung einer separaten Pumpe
- 7 Probenahmerohr für den CPC und das optionale Elektronenmikroskopie-Probenahmegerät für die isokinetische Probenahme mit  $1 \text{ l/min}$  ( $Q_{B2}$ )
- 8 Y-Split-Verbinder
- 9 Durchfluss mit  $0,3 \text{ l/min}$  ( $Q_{B2a}$ ) in Richtung des Elektronenmikroskopie-Probenahmegeräts, des Bypass-Filters und der Pumpe
- 10 Durchfluss mit  $0,7 \text{ l/min}$  ( $Q_{B2b}$ ) in Richtung des CPC
- 11 Ventil zur Leitung des Durchflusses zum Elektronenmikroskopie-Probenahmegerät oder Bypass-Filter
- 12 Elektronenmikroskopie-Probenahmegerät
- 13 Partikelfilter zum Schutz der Pumpe
- 14 Pumpe für die Probenahme mit  $Q_{B2a} = 0,3 \text{ l/min}$
- 15 CPC-Probenahme mit  $Q_{B2b} = 0,7 \text{ l/min}$
- 16 Probenahmerohr für das ELPI® zur isokinetischen Probenahme von  $Q_C = 5,8 \text{ l/min}$
- 17 T-Split-Verbinder

- 18 4,2 l/min ( $Q_D$ ) temperatur- und RH-kontrollierte Zuluft zum Ausgleich des Volumenstroms des ELPI®  
19 10 l/min ( $Q_E$ ) Volumenstrom zu dem ELPI®

**Bild 1 — Kleine rotierende Trommel mit Probenahmestrang in einer Konfiguration, in der die Probenahme mit einem CPC, einem Abscheider-Probenahmegerät für alveolengängigen Staub, einem Elektronenmikroskopie-Probenahmegerät und einem ELPI® erfolgt**

**6.2.2 System zur Minimierung des Risikos der Exposition durch Einatmen für Menschen**, z. B. durch eine Sicherheitswerkbank, eine Abzugshaube oder ein Gehäuse.

**6.2.3 System zur Befeuchtung von Versuchsluft**, mit Kapazität zur Zufuhr von 11 l/min durch die Trommel und von 7,4 l/min Verdünnungsluft oder insgesamt 18,4 l/min Luft mit stark kontrollierter Temperatur bei  $(21 \pm 3) ^\circ\text{C}$  und  $(50 \pm 5) \% \text{ RH}$  (siehe Bild 1).

Luftbefeuchter für dieses Verfahren sollten so gestaltet sein, dass sie keine Partikel in die Prüfatmosphäre übertragen.

Die Prüfung sollte unter variablen relativen Feuchtebedingungen (20 % bis 80 % relative Luftfeuchte) möglich sein.

**6.2.4 Probenahmestrang mit isokinetischen Probenahmeaustritten.**

Der Probenahmestrang ist mit der Trommel verbunden und ermöglicht die isokinetische (oder annähernd isokinetische) Partikelprobenahme von alveolengängigem Staub, Elektronenmikroskopie-Probenahmen und Echtzeitmessungen mit dem CPC und ELPI®-Aerosol-Überwachungseinrichtungen (siehe Bild 1).

ANMERKUNG Die Probenahmestrecke muss so konfiguriert werden, dass ein Partikelverlust im alveolengängigen Größenbereich verhindert wird, um Labor-Quervergleiche zu ermöglichen.

**6.2.5 Elektrisch leitfähige Rohre.**

Um Verluste in den Probenahmestrecken während der Messung der Schwebstoff-Größenverteilungen und Zahlenkonzentrationen zu vermeiden, sollten elektrisch leitfähige Rohre verwendet werden.

Übergangsrohrabschnitte und Rohrbögen sollten minimiert werden, um Partikelverluste auf ein Mindestmaß zu begrenzen.

Wenn Diffusionsauflader mit der Probenahmestrecke verbunden sind, sollten diese unter Verwendung des in den Instrumenten vorhandenen Rohrtyps oder eines vergleichbaren Rohrtyps angeschlossen werden.

**6.2.6 Staubabscheidersammler für die alveolengängige Fraktion**, mit einer Durchflussrate von 4,2 l/min und ausgestattet mit Filtern mit 25-mm- oder 37-mm-Kartuschen für die Probenahme von alveolengängigem Staub nach EN 481 und validiert nach EN 13205-2.

ANMERKUNG Die Probenahme erfolgt mit einer individuellen Pumpe.

**6.2.7 Sammelfilter**, 25 mm oder 37 mm, vorzugsweise hergestellt aus Polytetrafluoräthylen (PTFE).

Der Benutzer darf eine Filterart aus einem anderen Material mit einer geringeren Bestimmungsgrenze auswählen.

#### **6.2.8 Direkt messendes größen aufgelöstes Aerosolinstrument für die zeitlich gemittelte zahlenbasierte Partikelgrößenverteilung.**

Die zahlenbasierte Partikelgrößenverteilung muss mit einem direkt messenden zahlenbasierten Niederdruck-Kaskadenimpaktor gemessen und die Anzahl der Modi sowie die äquivalenten modalen Durchmesser der zeitlich gemittelten Partikelzahlen müssen aus diesen Daten abgeleitet werden. Die Vorrichtung muss in der Lage sein, Partikel im Größenbereich zwischen mindestens 10 nm und 10 µm zu zählen und zu klassifizieren.

Die Messung der zahlenbasierten Partikelgrößenverteilung anhand des aerodynamischen äquivalenten Durchmessers ist zu bevorzugen und muss in Zeitintervallen von 1 s erfolgen.

Ein elektrischer Niederdruck-Impaktor (ELPI®<sup>2)</sup>) wurde als Referenzvorrichtung für diese Messung ausgewählt.

#### **6.2.9 Direkt messendes Aerosol-Instrument für die Partikelzahlkonzentration, mit erkennbarem Partikelgrößenbereich zwischen 10 nm und 1 µm.**

Die Partikelzahlkonzentration muss mit einer Auflösung von 1 s unter einem Kondensationspartikelzähler (CPC) gemessen werden. Der CPC muss in der Lage sein, Partikel im Größenbereich zwischen mindestens 10 nm und 1 µm und Konzentrationen im Bereich zwischen 0 Partikeln/cm<sup>3</sup> und 100 000 Partikel/cm<sup>3</sup> in einzelnen Partikelzählungen zu zählen. Die Arbeitsflüssigkeit des Instruments muss Alkohol sein.

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

#### **6.2.10 Probenahmegerät für die analytische Elektronenmikroskopie (optional), bei dem Probenahmeluft von einer individuellen Pumpe angesaugt wird.**

ANMERKUNG Es wird empfohlen, ein Ventil zu montieren, um die Umleitung der Luft durch eine Mikroporenfilterkartusche zu ermöglichen, wenn keine Elektronenmikroskopie-Probenahme stattfindet. Hierdurch wird der Volumenstrom während der gesamten Prüfung ausgeglichen.

#### **6.2.11 Durchflussmessgeräte, die in der Lage sind, Volumenströme im Bereich zwischen 0,3 l/min und 11 l/min mit einer Messunsicherheit von 5 % oder weniger zu messen.**

#### **6.2.12 Gerät für die gravimetrische Analyse, das in der Lage ist, mit einer Auflösung von 0,1 µg oder weniger und einer Bestimmungsgrenze (LOQ) des Filtergewichts von weniger als 1 µg unter temperatur- und %RH-kontrollierten Bedingungen zu messen, wenn die Temperatur (22 ± 1) °C und die relative Luftfeuchte (50 ± 3) % beträgt.**

Die Verwendung der Waage in der Wiegeatmosphäre mit dem ausgewählten Filtermaterial und der ausgewählten Filtergröße muss eine LOQ von weniger als 15 µg nach ISO 15767 ergeben.

ANMERKUNG Die Nutzung eines eigenen temperatur- und %RH-kontrollierten Wiegeraums stellt einen präzisen Wiegevorgang sicher.

---

2) Siehe Fußnote 1.

## 7 Anforderungen an die Probenkonditionierung und Umgebungskontrolle

### 7.1 Allgemeines

Eine grundlegende Anforderung der Standardprüfung ist eine stabile Drehzahl des SRD von elf Umdrehungen je Minute, ein stabiler Fluss RH-kontrollierter (50 % RH) HEPA-gefilterter Luft durch eine Trommel von 11 l/min und eine isokinetische bis annähernd isokinetische Probenahmestrecke ohne oder nur mit geringem gut charakterisierten Partikelverlust für die Probenahme und Quantifizierung der im Anwendungsbereich erwähnten Endpunkte 1 bis 4. Um Pulver unter allgemeinen Anwendungsbedingungen zu prüfen, sollte das Staubungsverhalten im Bereich zwischen 20 % und 80 % relativer Luftfeuchte ermöglicht werden.

Der Volumenstrom durch die Probennahmestrecke darf nicht mehr als 11 l/min betragen. Dies ist für die angegebenen Probenahmegeräte und Echtzeit-Überwachungseinrichtungen für die Luftprobenahme ausreichend. Für Instrumente, die einen höheren Volumenstrom als 11 l/min durch das Staubungssystem selbst geliefert benötigen, muss Zuluft zwischen der Überwachungseinrichtung und der Probenahmestrecke zugeführt werden (siehe Bild 1).

### 7.2 Lagerungsbedingungen

Da Pulver und der Staubungsindex empfindlich auf die relative Luftfeuchte während der Lagerung reagieren können, müssen Prüfpulverproben mindestens 12 h (über Nacht) vor der Prüfung konditioniert werden. Unter Standardprüfbedingungen müssen die Proben bei Raumtemperatur mit auf  $(50 \pm 5)$  % relative Luftfeuchte eingeregelter Luft gelagert werden.

**ANMERKUNG** Die Lagerung unter kontrollierten %RH-Bedingungen kann auf andere Weise erfolgen. Eine Möglichkeit besteht darin, denselben Luftbefeuchter, der auch zur Konditionierung der Luft für die Staubungsverhaltensprüfung verwendet wird, zu nutzen und diesen mit einer Kammer in geeigneter Größe zu verbinden. Alternativ kann ein Laborraum mit Feuchtsteuerung oder eine separate Kammer mit Feuchtsteuerung verwendet werden.

### 7.3 Temperatur und relative Luftfeuchte

Für Prüfungen unter Standardbedingungen müssen die mittlere Temperatur und relative Luftfeuchte in der Trommel respektive  $(21 \pm 3)$  °C und  $(50 \pm 5)$  % RH betragen und während der gesamten Prüfdauer stabil sein. Diese Bedingungen werden durch die Luft aus dem Luftbefeuchter sichergestellt, die der Prüfatmosphäre in der Trommel zugeführt wird (siehe Bild 1).

## 8 Vorbereitung der Prüfung des Staubungsverhaltens

### 8.1 Wägen der Filter

Mindestens vier Filter (je nachdem, welcher Filter die niedrigste Bestimmungsgrenze in dem betreffenden Labor aufweist) müssen für jede Pulverprobe für die Sammlung von alveolengängigem Staub mit dem Staubabscheider-Probenahmegerät vorbereitet werden. Die vier Filter beinhalten einen Backup-Filter, falls eine vierte Probe benötigt wird, um Unsicherheiten oder Fehler zu reduzieren. Für jede Wägerunde (z. B. einwöchige Prüfungsreihe) müssen drei Leerfilter bereitgestellt werden, um Filterabweichungen und die Filterhandhabung zu berücksichtigen.

Die Filter müssen vor dem Wägen (vor und nach der Anwendung in der Prüfung) mindestens über Nacht in einem klimakontrollierten Wägeraum konditioniert und gewogen werden.

### 8.2 Entnahme von Proben aus dem Schüttgut

Für die Prüfung des Staubungsverhaltens und weitere Analysen müssen Proben nach dem in prEN 17199-1:2018 festgelegten Verfahren aus dem Schüttgut entnommen werden.

### 8.3 Herstellung der Prüfproben

Eine Probe von 2 g für die „Konditionierungsprüfung“ und vier Proben von mindestens 6 g für die quantitative Prüfung des Staubungsverhaltens werden für 24 h unter den vorgesehenen Prüfbedingungen [d. h.  $(21 \pm 5) ^\circ\text{C}$ ;  $(50 \pm 5) \% \text{RH}$ ] inkubiert.

Für die Bestimmung des Feuchtegehalts und der Schüttdichte (siehe 8.4) werden ausreichende Probenmengen unter den gewünschten Prüfbedingungen inkubiert.

### 8.4 Bestimmung der Eigenschaften der Probe

Der Feuchtegehalt und die Schüttdichte sind nach prEN 17199-1:2018 zu bestimmen.

Der Feuchtegehalt und die Schüttdichte sind unter den geprüften Bedingungen zu bestimmen [d. h. bei  $(50 \pm 5) \% \text{RH}$ , wenn das Staubungsverhalten unter Standardbedingungen geprüft wird]].

### 8.5 Vorbereitung der Prüfeinrichtung

Bevor die Prüfungen durchgeführt werden, ist die rotierende Trommel mit einem geeigneten Staubsauger gründlich zu reinigen, mit einem feuchten Tuch (z. B. Isopropanoltücher) abzuwischen und trocknen zu lassen. Wenn Schüttgut an den Innenflächen haftet, kann es notwendig sein, diese Flächen mit einem in Wasser gelösten Reinigungsmittel abzuwaschen und anschließend mit Wasser gründlich abzuspülen oder mit einem geeigneten Lösemittel (z. B. Propanol) zu reinigen.

Die Staubübertragungsstrecke zwischen der Trommel (Position Nr.1 in Bild 1) und dem „Probenahmestrang“ (Position Nr.4 in Bild 1) wird an der Austrittsstufe der Trommel mithilfe einer Drehkupplungsvorrichtung angebracht. Die Staubübertragungsstrecke wird über einen dicht sitzenden Edelstahlverbinder (Position Nr. 3 in Bild 1) mit dem Probenahmestrang verbunden.

Die Volumenströme der durch Luftbefeuchter und alle Pumpen, Einrichtungen und Echtzeitinstrumente zugeführten Luft werden mithilfe von Volumenstrom-Messgeräten gemessen und im Bedarfsfall angepasst, um den gesamten Sammelluftvolumenstrom an den gesamten Volumenstrom von 11 l/min in der Trommel anzupassen, wie in Bild 1 gezeigt.

Die Instrumente werden über Edelstahl- oder Legierungsrohre oder leitfähige Rohre nach Bild 1 mit dem Probenahmestrang verbunden. Rohrbögen sind so weit wie möglich zu vermeiden.

### 8.6 Vorbereitung der Instrumente und Probenahmeeinrichtungen

Instrumente müssen rechtzeitig eingestellt werden, um die Einstellung des Gleichgewichts der Echtzeitmonitore zu ermöglichen. Wenn z. B. ein ELPI® verwendet wird, muss dieses mehrere Stunden vor jeder Messung eingeschaltet werden, vorzugsweise am vorherigen Tag. Dies ermöglicht eine vollständige Stabilisierung der Elektrometer.

Gesinterte Sammelplatten müssen nach den Empfehlungen des Herstellers des ELPI® vorbereitet werden. Sofern Al-Platten verwendet werden, müssen diese mit ein bis zwei Tropfen Saugpumpenöl je Platte gefettet werden. Wenn eine neue Pulverprobe geprüft wird, müssen die Platten und Isolatoren im Ultraschallbad mit Isopropanol gereinigt werden.

Die ELPI®-Leckprüfung und das Nullstellungsverfahren müssen vor allen Messungen durchgeführt werden. Das „Nullstellungsverfahren“ muss mit leerer Trommel, an der Trommel angeschlossenem Instrument und allen anderen Instrumenten und Einrichtungen in Betrieb durchgeführt werden. Wenn ein Hintergrund von weniger als 20 Partikeln/cm<sup>3</sup> (unter Verwendung des CPC) erreicht wird, darf der externe HEPA-Filter zum Lufteintritt für das Nullstellungsverfahren verwendet werden und eine innere Spülung ist nicht erforderlich. Der Auflader muss während des „Nullstellungsverfahrens“ eingeschaltet sein.