

DIN EN ISO 21683



ICS 87.060.10

Einsprüche bis 2020-06-10

Entwurf

**Pigmente und Füllstoffe –
Bestimmung der experimentell simulierten Freisetzung von Nanoobjekten
aus Beschichtungen und pigmentierten Kunststoffen (ISO 21683:2019);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 21683:2020**

Pigments and extenders –

Determination of experimentally simulated nano-object release from paints, varnishes and pigmented plastics (ISO 21683:2019);

German and English version prEN ISO 21683:2020

Pigments et matières de charge –

Détermination de la libération simulée de nanoobjets présents dans des peintures, des vernis et des plastiques pigmentés (ISO 21683:2019);

Version allemande et anglaise prEN ISO 21683:2020

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2020-04-10 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 npf@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 Pigmente und Füllstoffe (NPF), 10772 Berlin oder Saatwinkler Damm 42/43, 13627 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 53 Seiten

DIN-Normenausschuss Pigmente und Füllstoffe (NPF)
DIN-Normenausschuss Beschichtungsstoffe und Beschichtungen (NAB)

Nationales Vorwort

Der Text von ISO 21683:2019 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 256 „Pigments, dyestuffs and extenders“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als prEN ISO 21683:2020 durch das Technische Komitee CEN/TC 298 „Pigmente und Füllstoffe“ übernommen, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 078-00-02 AA „Nanoeigenschaften von Pigmenten und Füllstoffen“ im DIN-Normenausschuss Pigmente und Füllstoffe (NPF).

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

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

ISO 4618:2014	siehe	DIN EN ISO 4618:2015-01
ISO 9276-1	siehe	DIN ISO 9276-1
ISO/TS 12025	siehe	DIN CEN ISO/TS 12025 (DIN SPEC 52406)
ISO/TS 80004-1	siehe	DIN CEN ISO/TS 80004-1 (DIN SPEC 52400-1)
ISO/TS 80004-2	siehe	DIN CEN ISO/TS 80004-2 (DIN SPEC 52400-2)

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN CEN ISO/TS 12025 (DIN SPEC 52406), *Nanomaterialien — Quantifizierung der Freisetzung von Nanoobjekten aus Pulvern durch Aerosolerzeugung*

DIN CEN ISO/TS 80004-1 (DIN SPEC 52400-1), *Nanotechnologien — Fachwörterverzeichnis — Teil 1: Kernbegriffe*

DIN CEN ISO/TS 80004-2 (DIN SPEC 52400-2), *Nanotechnologien — Fachwörterverzeichnis — Teil 2: Nanoobjekte*

DIN EN ISO 4618:2015-01, *Beschichtungsstoffe — Begriffe (ISO 4618:2014); Dreisprachige Fassung EN ISO 4618:2014*

DIN ISO 9276-1, *Darstellung der Ergebnisse von Partikelgrößenanalysen — Teil 1: Grafische Darstellung*

Pigmente und Füllstoffe — Bestimmung der experimentell simulierten Freisetzung von Nanoobjekten aus Beschichtungen und pigmentierten Kunststoffen (ISO 21683:2019)

Pigments et matières de charge — Détermination de la libération simulée de nanoobjets présents dans des peintures, des vernis et des plastiques pigmentés (ISO 21683:2019)

Pigments and extenders — Determination of experimentally simulated nano-object release from paints, varnishes and pigmented plastics (ISO 21683:2019)

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokument-Stage: CEN-Umfrage
Dokument-Sprache: D

STD Version 2.10b

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
3.1 Allgemeine Begriffe	6
3.2 Spezifische Begriffe	8
4 Symbole und Abkürzungen	9
5 Verfahren der Beanspruchung	11
5.1 Anforderungen an die Proben	11
5.2 Anforderungen an die Prüfeinrichtung	11
5.2.1 Allgemeines	11
5.2.2 Beanspruchungsprozesse — Prozessparameter und -kenngrößen	11
6 Messverfahren	12
6.1 Messgrößen	12
6.2 Aerosolmessverfahren	13
6.3 Vorbereitung der Prüfung	14
6.3.1 Allgemeines	14
6.3.2 Aerosolhintergrund	14
6.3.3 Aerosol-Probenleitung	15
6.3.4 Aerosolkonditionierung	15
7 Durchführung	15
8 Berechnung	16
9 Prüfbericht	18
Anhang A (informativ) Beispiele für die Parameterspezifikation von Verfahren zur Beanspruchung	19
Anhang B (informativ) Ausgewählte Aerosolmessgeräte	22
Literaturhinweise	25

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 21683:2019 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 256 „Pigments, dyestuffs and extenders“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als prEN ISO 21683:2020 durch das Technische Komitee CEN/TC 298 „Pigmente und Füllstoffe“ übernommen, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 21683:2019 wurde von CEN als prEN ISO 21683:2020 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Themen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Eine Erläuterung zum freiwilligen Charakter von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT) berücksichtigt, enthält der folgende Link: www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 256, *Pigments, dyestuffs and extenders*, erarbeitet.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

Einleitung

Die mögliche Freisetzung von Nanoobjekten (nanoskaligen Pigmenten und Füllstoffen) aus pigmentierten und transparenten Beschichtungsstoffen sowie pigmentierten Kunststoffen in die umgebende Luft oder Flüssigkeit ist ein wichtiger Aspekt für die Gesundheit und Sicherheit für den Endanwender und die Umwelt. Daher ist es wichtig, Daten über die Neigung von pigmentierten Beschichtungsstoffen und Kunststoffen zur Freisetzung von Nanoobjekten zu gewinnen, die es ermöglichen, Expositionen zu bewerten [10], zu kontrollieren und zu minimieren. Diese Eigenschaft hängt voraussichtlich sowohl von den physikalisch-chemischen Eigenschaften der Nanoobjekte als auch von der Matrix ab, die die Nanoobjekte enthält.

Die derzeit verfügbaren Verfahren zur Beurteilung der Neigung von pigmentierten und transparenten Beschichtungsstoffen sowie Kunststoffen zur Freisetzung von Nanoobjekten in die Luft erfordern eine Zufuhr von Energie zur Probe, um Abrasion, Erosion oder Zerkleinerung zu bewirken und so eine Verbreitung der Partikel in die Gasphase, d. h. die Erzeugung von Aerosolen, herbeizuführen.

Auf Grund ihrer höheren Empfindlichkeit sind die Partikelanzahlkonzentration und die anzahlgewichtete Partikelgrößenverteilung für die quantitative Bestimmung der Freisetzung von Nanoobjekten erforderlich, da die Partikelmasse von der dritten Potenz des Partikeldurchmessers abhängt und die Massenkonzentrationen von Nanoobjekten zu gering sind, um sie mit derzeit handelsüblichen Messgeräten nachzuweisen. Weitere Messungen, wie z. B. der Gesamt-Partikeloberflächenkonzentration, z. B. die Literaturhinweise [11] und [12], können für die Interpretation hilfreich sein, z. B. in Bezug auf gesundheitliche Aspekte. Wenn Form, Morphologie, Porosität und Dichte des Partikelmaterials bekannt sind, ist eine genaue Umwandlung in die verschiedenen Mengengrößen durch Messung der gesamten Partikelgrößenverteilung möglich.

Neben der Auswahl geeigneter Messgeräte erfordert eine quantitative Beurteilung der prozessbedingten Partikelfreisetzung weitere ausführliche Angaben zu den Proben, der eingebrachten Beanspruchung und der Art der Verbindung mit den Messgeräten. Im Bild 1 sind Beispiele für die einzelnen Stufen dargestellt, die bei der quantitativen Charakterisierung der Freisetzung von luftgetragenen Partikeln zu berücksichtigen sind.

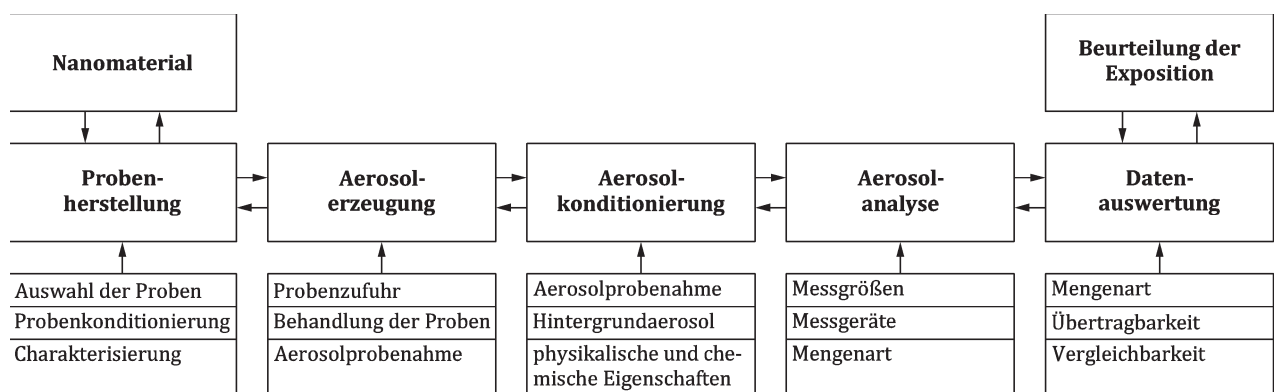


Bild 1 — Stufen bei der Charakterisierung von prozessbedingter Freisetzung von luftgetragenen Partikeln [5]

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur experimentellen Bestimmung der Freisetzung von nanoskaligen Pigmenten oder Füllstoffen in die Umgebung nach einer mechanischen Beanspruchung von Beschichtungstoffen und pigmentierten Kunststoffen fest.

Das Verfahren wird angewendet um zu bewerten, ob und wie viele Partikel bestimmter Größe und Verteilung unter Beanspruchung (Art und Höhe der zugeführten Energie) von Oberflächen freigesetzt und in die Umgebung abgegeben werden.

Die Proben werden gealtert, bewittert oder anderweitig konditioniert, um den gesamten Lebenszyklus zu simulieren.

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).

ISO 9276-1, *Representation of results of particle size analysis — Part 1: Graphical representation*

ISO/TS 80004-1, *Nanotechnologies — Vocabulary — Part 1: Core terms*

ISO/TS 80004-2, *Nanotechnologies — Vocabulary — Part 2: Nano-objects*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO/TS 80004-1, ISO/TS 80004-2 und die folgenden Begriffe.

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

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

3.1 Allgemeine Begriffe

3.1.1

Aerosol

System von in Gas suspendierten festen oder flüssigen Partikeln

[QUELLE: ISO 15900:2009, 2.1]

3.1.2

Nanomaßstab

nanoskalig

Längenbereich von etwa 1 nm bis 100 nm

Anmerkung 1 zum Begriff: Eigenschaften, die nicht von einer größeren Größe extrapoliert sind, zeigen sich vorwiegend in diesem Längenbereich.

[QUELLE: ISO/TS 80004-1:2015, 2.1]

3.1.3

Nanopartikel

Nanoobjekt (3.1.4) mit allen Außenmaßen im *Nanomaßstab* (3.1.2), wobei sich die Längen der längsten und kürzesten Achsen des Nanoobjekts nicht wesentlich unterscheiden

Anmerkung 1 zum Begriff: Wenn sich die Maße wesentlich unterscheiden (üblicherweise um mehr als das Dreifache), können die Begriffe Nanofaser oder Nanoplättchen statt des Begriffs Nanopartikel verwendet werden.

[QUELLE: ISO/TS 80004-2:2015, 4.4]

3.1.4

Nanoobjekt

einzelnes Stück Material mit einem, zwei oder drei Außenmaß(en) im *Nanomaßstab* (3.1.2)

Anmerkung 1 zum Begriff: Das zweite und dritte Außenmaß sind sowohl zueinander als auch zum ersten Außenmaß orthogonal.

[QUELLE: ISO/TS 80004-1:2015, 2.5]

3.1.5

pigmentierter Beschichtungsstoff

Beschichtungsstoff, der (ein) Pigment(e) enthält und, auf ein Substrat aufgebracht, eine opake trockene Beschichtung mit schützenden, dekorativen oder spezifischen technischen Eigenschaften bildet

[QUELLE: ISO 4618:2014, 2.184]

3.1.6

äquivalenter sphärischer Durchmesser

x

Durchmesser einer Kugel, die die gleichen physikalischen Eigenschaften aufweist wie der Partikel in der Messung

Anmerkung 1 zum Begriff: Physikalische Eigenschaften sind zum Beispiel die gleiche Sinkgeschwindigkeit, das gleiche Verdrängungsvolumen der Elektrolytlösung oder die gleiche Projektionsfläche unter einem Mikroskop.

Anmerkung 2 zum Begriff: Die physikalische Eigenschaft, auf die sich der Äquivalentdurchmesser bezieht, muss mit Hilfe eines geeigneten Index, zum Beispiel x_s für einen äquivalenten Oberflächendurchmesser oder x_v für einen äquivalenten Volumendurchmesser, angegeben werden.

[QUELLE: ISO 26824:2013, 1.6]

3.1.7

Partikelgrößenverteilung

PSD

Summenverteilung der Fraktion des Materials, die kleiner ist (Untergröße) als bestimmte Partikelgrößen, dargestellt durch äquivalente sphärische Durchmesser oder andere lineare Dimensionen, oder Verteilungsdichte der Fraktion des Materials in einer Größenklasse, geteilt durch die Breite dieser Klasse

Anmerkung 1 zum Begriff: Partikelgrößenverteilungen sind in ISO 9276-1 beschrieben.

3.1.8

Kondensationspartikelzähler

CPC

Messgerät zum Messen der Partikelanzahlkonzentration eines *Aerosols* (3.1.1)

Anmerkung 1 zum Begriff: Die festgestellten Größen der Partikel liegen üblicherweise im Bereich von unter einigen hundert Nanometer und mehr als ein paar Nanometern.

Anmerkung 2 zum Begriff: Ein CPC ist ein möglicher Detektor für die Anwendung mit einem DEMC.

Anmerkung 3 zum Begriff: In einigen Fällen darf ein Kondensationspartikelzähler auch als Kondensationskernzähler (CNC) bezeichnet werden.

[QUELLE: ISO 15900:2009, 2.5]

3.1.9 differentieller elektrischer Mobilitätsklassierer DEMC

Klassierer, der in der Lage ist, *Aerosol*-partikel (3.1.1) entsprechend ihrer elektrischen Mobilität auszuwählen und sie zu seinem Auslass weiterzuleiten

Anmerkung 1 zum Begriff: Ein DEMC unterteilt Aerosolpartikelgrößen durch Einstellen des Gleichgewichts zwischen der elektrischen Feldkraft an jedem Partikel und der aerodynamischen Widerstandskraft in einem elektrischen Feld. Klassierte Partikel haben eine geringe Spannweite der elektrischen Mobilität, die durch die Betriebsbedingungen und physikalischen Maße des DEMC bestimmt wird, während sie auf Grund der unterschiedlichen Zahl ihrer elektrischen Ladungen unterschiedliche Größen aufweisen können.

[QUELLE: ISO 15900:2009, 2.7]

3.1.10 differentielles Mobilitätsanalysesystem DMAS

System zum Messen der Größenverteilung von Submikrometer-*Aerosol*-partikeln (3.1.1), das aus einem DEMC, Durchflussmessgeräten, einem Partikeldetektor, Verbindungsleitungen, einem Rechner und geeigneter Software besteht

[QUELLE: ISO 15900:2009, 2.8]

3.2 Spezifische Begriffe

3.2.1 Partikelfreisetzung aus Beschichtungsstoffen und Kunststoffen

Übergang von Material aus Beschichtungsstoffen und Kunststoffen in eine Flüssigkeit oder ein Gas infolge von mechanischer Beanspruchung

3.2.2 Anzahl freigesetzter Partikel

n

Gesamtanzahl von Partikeln in einem festgelegten Größenbereich, die infolge von mechanischer Beanspruchung aus einer Probe freigesetzt wurden

3.2.3 flächenbezogene Anzahl freigesetzter Partikel

n_A

Anzahl freigesetzter Partikel (3.2.2) dividiert durch die beanspruchte Oberfläche der Probe

3.2.4 massebezogene Anzahl freigesetzter Partikel

n_m

Anzahl freigesetzter Partikel (3.2.2) dividiert durch die Masse des entfernten Materials

3.2.5

Gesamtvolumenstrom

V_t

Volumenstrom, der alle luftgetragenen Emissionen an der Partikelquelle aufnimmt und abtransportiert

3.2.6

Partikelanzahlkonzentration

n_V

Anzahl an Partikeln je Luftvolumen

3.2.7

Prozesskonzentration

Partikelanzahlkonzentration (3.2.6), die sich aus dem *Gesamtvolumenstrom* (3.2.5) und der *Anzahl freigesetzter Partikel* (3.2.2) infolge der mechanischen Beanspruchung der Proben ergibt

3.2.8

Messkonzentration

Partikelanzahlkonzentration (3.2.6), die durch definierte Verdünnung der *Prozesskonzentration* (3.2.7) eingestellt wird, um optimale Bedingungen für die Aerosolanalyse zu schaffen

3.2.9

Modellraumkonzentration

Partikelanzahlkonzentration (3.2.6), die sich aus der *flächenbezogenen Anzahl freigesetzter Partikel* (3.2.3) unter optimalen Durchmischungsbedingungen für eine festgelegte Raumhöhe ergibt

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Modellraumkonzentration ist unabhängig von den gewählten Prüfbedingungen und stellt bei bedachter Wahl der Modellraumhöhe eine Vergleichskonzentration für tatsächliche Partikelanzahlkonzentrationen (z. B. Partikelbelastung im Labor) dar.

4 Symbole und Abkürzungen

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Symbole (siehe Tabelle 1) und Abkürzungen (siehe Tabelle 2).

Tabelle 1 — Symbole

Symbol	Größe	SI-Einheit
n	Anzahl freigesetzter Partikel	dimensionslos
n_V	Partikelanzahlkonzentration	m^{-3}
n_A	flächenbezogene Anzahl freigesetzter Partikel	m^{-2}
n_m	massebezogene Anzahl freigesetzter Partikel	kg^{-1}
V_t	Gesamtvolumenstrom	$\text{m}^3 \text{s}^{-1}$

Tabelle 2 — Abkürzungen

Abkürzung	Bedeutung
APS	aerodynamisches Partikelgrößenmessgerät (en: aerodynamic particle sizer)
CPC	Kondensationspartikelzähler (en: condensation particle counter)
DEMAS	differentielles elektrisches Mobilitätsanalysesystem (en: differential electrical mobility analysing system)
DEMC	differentieller elektrischer Mobilitätsklassierer (en: differential electrical mobility classifier)
EAD	elektrischer Aerosoldetektor (en: electrical aerosol detector)
EDX	energiedispersive Röntgenspektroskopie (en: energy dispersive X-ray spectroscopy)
EEPS	Partikelgrößenmessgerät für Motorabgase (en: engine exhaust particle sizer)
ELPI	elektrischer Niederdruckimpaktor (en: electrical low pressure impactor)
ESP	elektrostatischer Abscheider (en: electrostatic precipitator)
FAPES	Emmissionsspektrometer für schnelle Aerosolpartikel (en: fast aerosol particle emission spectrometer)
FMPS	Partikelgrößenmessgerät für die schnelle Mobilität (en: fast mobility particle sizer)
HEPA	Schwebstofffilter (en: high efficiency particulate air filter)
ICP-MS	Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (en: inductively coupled plasma mass spectrometry)
ICP-OES	optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (en: inductively coupled plasma optical emission spectrometry)
LAS	Laser-Aerosolspektrometer (en: laser aerosol spectrometer)
NSAM	Oberflächenmonitor für Nanopartikel (en: nanoparticle surface area monitor)
OPC	optischer Partikelzähler (en: optical particle counter)
OPS	optisches Partikelgrößenmessgerät (en: optical particle sizer)
PM	Schwebstoff (en: particulate matter)
PSD	Partikelgrößenverteilung (en: particle size distribution)
SEM	Rasterelektronenmikroskopie (en: scanning electron microscopy)
SMPS	scannendes Größenmessgerät für die (differentielle) Mobilität der Partikel (en: scanning mobility particle sizer)
TEM	Transmissionselektronenmikroskopie (en: transmission electron microscopy)
TP	thermischer Abscheider (en: thermal precipitator)
WRAS	Weitbereichs-Aerosolsammler (en: wide range aerosol sampler)

5 Verfahren der Beanspruchung

5.1 Anforderungen an die Proben

Geeignete Proben sind auf entsprechende Substrate oder Feststoffe aufgetragene Beschichtungen. Zum Erzielen einer guten Reproduzierbarkeit sollten die Proben eben sein und im Matrixmaterial sollte eine homogene Verteilung der Pigmente oder Füllstoffe vorliegen.

Zur Auswertung der Messergebnisse müssen zusätzlich zu den eigentlichen Proben Referenzproben hergestellt werden. Unpigmentierte oder ungefüllte Proben können Informationen über den Einfluss dieser in Bezug auf die Partikelfreisetzung liefern. Zur Analyse gealterter oder bewitterter Proben müssen gleichwertige ungealterte bzw. unbewitterte Proben für die Dateninterpretation herangezogen werden.

Ein wichtiger Aspekt ist der vorliegende Zustand der Probe. Ausführliche Informationen zur Probenherstellung, zu den verwendeten Pigmenten und Füllstoffen, zur Vorkonditionierung und Behandlung (Alterung, Exposition) müssen dokumentiert werden.

Verunreinigungen der Probenkörper während Herstellung, Vorkonditionierung, Vorbehandlung, Transport und Lagerung müssen auf ein Mindestmaß verringert werden. Fertiggestellte Proben müssen unverzüglich analysiert werden, um Änderungen der physikalisch-chemischen Eigenschaften (z. B. Härte, Elastizität) der Proben durch Einwirkung äußerer Einflüsse (z. B. Temperaturschwankungen, UV-Strahlung) zu vermeiden.

Beim Transport der Proben muss darauf geachtet werden, dass die Proben nicht durch Kontakt mit dem für den Transport verwendeten Behälter oder mit anderen Proben verunreinigt werden. Die Kontaktdauer mit Umgebungsaerosol muss weitestgehend minimiert werden.

5.2 Anforderungen an die Prüfeinrichtung

5.2.1 Allgemeines

Die Prüfeinrichtung muss die Aspekte des Einbringens der Proben, der Beanspruchung der Proben und der Probennahme erfassen.

Für die Verifizierung von systematischen Analysen, d. h. zum Erzielen reproduzierbarer Ergebnisse, müssen die Proben so eingebracht werden, dass die Beanspruchung nur einmal aufgebracht wird, um Überlagerungen einer sich wiederholenden Energiezufuhr und somit ständige Änderungen der Beanspruchungsintensität der zu prüfenden Probe zu vermeiden.

Die quantitative Bestimmung der Anzahl freigesetzter Partikel erfordert eine Prüfeinrichtung zum Simulieren mechanischer Beanspruchung. Die Intensität der mechanischen Beanspruchung sollte an die physikalisch-chemischen Eigenschaften der Probe angepasst werden können. Die Prüfeinrichtung sollte sorgfältig beschrieben und geeignete Prüfparameter sollten vor der Prüfung ermittelt werden. Bei der Prüfung müssen die Prüfparameter angepasst, überprüft und dokumentiert werden.

Um eine quantitative Bestimmung der Anzahl freigesetzter Partikel zu ermöglichen, müssen alle infolge von mechanischer Beanspruchung freigesetzten Partikel möglichst nah am Ort ihrer Entstehung gemessen werden.

ANMERKUNG Das mechanische Beanspruchen der Proben kann zu einer thermisch bedingten Partikelerzeugung führen, die zu einer Überschätzung der Anzahl freigesetzter Partikel führen könnte.

5.2.2 Beanspruchungsprozesse — Prozessparameter und -kenngrößen

Die bei der Prüfung anzuwendenden Prozessparameter und die daraus ableitbaren Prozesskenngrößen sind entsprechend den zu beanspruchenden Materialien zu wählen, siehe Tabelle 3.

ANMERKUNG Siehe auch Anhang A.

Tabelle 3 — Prozessparameter und -kenngrößen von ausgewählten Prozessen der Beanspruchung

Prozess (Beispiel)	Prozessparameter	Prozesskenngrößen
Überströmen Winderosion an Gebäuden, Strömungsbeanspruchung an bewegten Fahrzeugen	— Gesamtvolumenstrom — Düsendurchmesser — Geschwindigkeit, Probenvorschub	— Geschwindigkeit, Strömung — Saugleistung
Reibung Hautkontakt an Beschichtungen	— Gesamtvolumenstrom — Normalkraft — Auflagefläche — Reibweg — Materialkombination — Geschwindigkeit, Probenvorschub	— Auflagedruck — Reibkraft — Reibleistung
Beanspruchung durch Abrieb Materialverarbeitung während der Fertigung von Produkten, Nachbearbeitung beschädigter Oberflächen	— Gesamtvolumenstrom — Normalkraft — Auflagefläche — Verschleißoberfläche — Umlaufgeschwindigkeit/Drehzahl — Geschwindigkeit, Probenvorschub — Schleifpapier	— Auflagedruck — Tangentialkraft — Schnittkraftverhältnis – Schnittleistung – Geschwindigkeits- verhältnis (siehe Literaturhinweis [1])

6 Messverfahren

6.1 Messgrößen

Die quantitative Bestimmung der Partikelfreisetzung erfordert die Analyse von drei übergeordneten Messgrößen:

- Partikelkonzentration;
- Partikelgröße;
- Partikelmateriale.

Sowohl die Partikelgröße als auch die Konzentration kann für Aerosole in verschiedenen Mengenarten bestimmt werden (z. B.: Partikelanzahlkonzentration, Aerosollängenkonzentration, Massenkonzentration). Die Anzahl stellt die empfindlichste Mengenart in Bezug auf luftgetragene Nanopartikel dar und ist auf Grund der Verfügbarkeit von handelsüblichen Messgeräten bevorzugt zur Charakterisierung von Aerosolen heranzuziehen (Partikelanzahlkonzentration, anzahlgewichtete Partikelgrößenverteilung).

ANMERKUNG Siehe Anhang B.

Anhand von Aerosolmessverfahren ist derzeit nur eine quantitative Bestimmung sämtlicher Partikelemissionen möglich. Eine materialelektive quantitative Bestimmung der Freisetzung der in den pigmentierten Beschichtungsstoffen oder Kunststoffen eingebetteten Pigment- oder Füllstoff-Nanopartikel ist nur begrenzt durch separate direkte (z. B. EDX, ICP-MS, ICP-OES) und indirekte Messverfahren (z. B. morphologische Analyse über SEM, TEM) möglich.

Für die Reproduzierbarkeit und Übertragbarkeit der Analyseergebnisse oder zur Prozesscharakterisierung müssen je nach Zielstellung weitere geeignete Messgrößen ermittelt werden:

- Massenabrieb bei einer materialabtragenden Beanspruchung;
- Umgebungsbedingungen (Temperatur, Luftfeuchte);
- Aerosolladungszustand.

6.2 Aerosolmessverfahren

Zur Charakterisierung von Aerosolen stehen zahlreiche handelsübliche Messverfahren zur Verfügung. Nach den Literaturhinweisen [2], [7] und [9] können Aerosolmess- und -sammelverfahren den nachfolgenden vier Kategorien zugeordnet werden:

- größen aufgelöste und zeitaufgelöste Messverfahren (z. B. FMPS, EEPS, FAPES, ELPI, OPS);
- größen aufgelöste und zeitintegrierte Messverfahren (z. B. Kaskaden-Impaktor, WRAS);
- größenintegrierte und zeitaufgelöste Messverfahren (z. B. CPC);
- größenintegrierte und zeitintegrierte Messverfahren (z. B. ESP, TP, Filter).

Die Auswahl der zur Messung von Aerosolen anzuwendenden Verfahren hängt von der Art der Exposition und dem daraus resultierenden Aerosol ab, d. h. von der Partikelgrößenverteilung und dem Verlauf der Partikelanzahlkonzentration. Bei Prozessen mit kurzzeitiger Aerosolerzeugung (< 60 s) oder mit starken Änderungen der Partikelanzahlkonzentration müssen Messverfahren mit hoher zeitlicher Auflösung (≤ 1 s) eingesetzt werden (z. B. CPC, FMPS, EEPS, FAPES). Auf Grund des Funktionsprinzips derzeit verfügbarer Aerosolmessverfahren der Kategorie a) für den Nanometerbereich müssen entsprechende Mindest-Messkonzentrationen ($> 100 \text{ cm}^{-3}$) vorliegen, um verwertbare Signale zu detektieren.

Scannende Größenmessgeräte für die Mobilität der Partikel (SMPS, DEMAS: DEMC+CPC) weisen die höchste Empfindlichkeit und Präzision zur Charakterisierung von Aerosolen im Größenbereich von etwa 5 nm bis 1 000 nm auf, führen aber bei Diskontinuitäten in der Partikelanzahlkonzentration zu Fehlern in der Partikelgrößenverteilung (z. B. Konzentrationsanstieg während des Messzyklus im SMPS bei kontinuierlicher oder stufenweiser Erhöhung der Klassierspannung führt zu einer gröberen PSD als tatsächlich vorhanden).

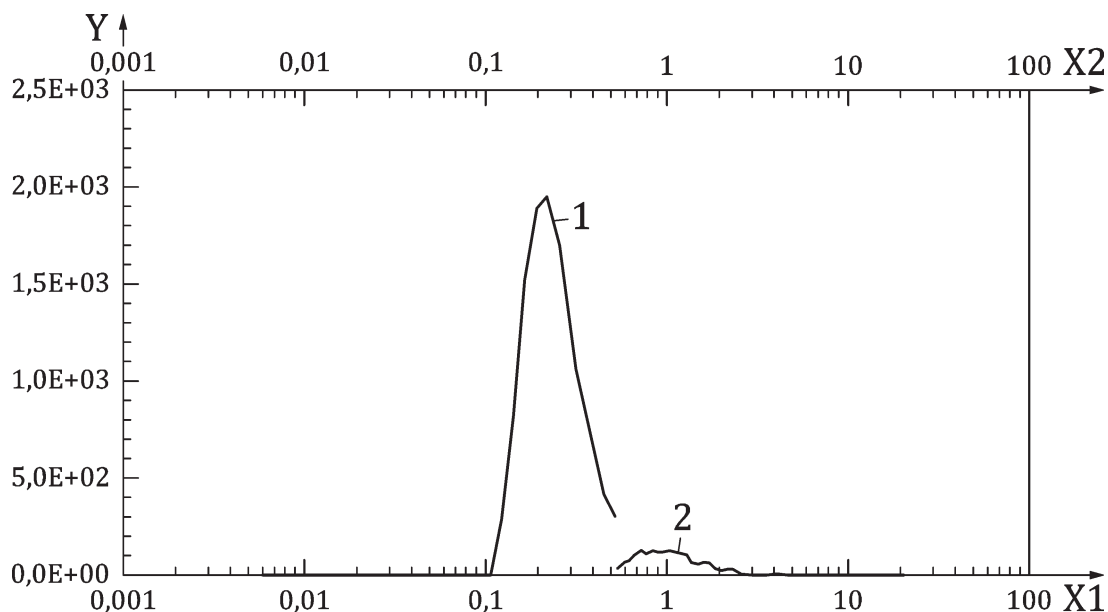
Bei hohen Partikelanzahlkonzentrationen können technische Maßnahmen zur definierten Reduzierung eingeleitet werden, während ein Aufkonzentrieren schwieriger ist, um eine optimale Messkonzentration zu erzielen. Entsprechend ihrer physikalischen Funktionsprinzipien können Aerosolmessverfahren nur einen begrenzten Partikelgrößenbereich erfassen, wodurch für eine quantitative Charakterisierung des Prozessaerosols eine Kombination mehrerer Messverfahren erforderlich ist. In diesem Fall müssen jedoch die vom Hersteller festgelegten Betriebsbedingungen eingehalten werden.

Zahlreiche Aerosolmessverfahren sind für Aerosolanalysen unter Atmosphärendruck ausgelegt, bereits bei geringfügigen Änderungen des Druckniveaus (Über- oder Unterdruck) können die Messergebnisse eine starke systematische Abweichung aufweisen.

Der Großteil der handelsüblichen Aerosolmessverfahren hat am Aerosoleinlass einen Grobpartikelabscheider (z. B. Aerozyklon, Impaktor), der bei Aerosolmessungen auf Grund einer nicht-idealen Trennfunktion vor allem die Aerosolzusammensetzung an den Rändern des Messbereiches verändert.

In Abhängigkeit vom Messprinzip ergeben sich entsprechende äquivalente Partikeldurchmesser bzw. unterschiedliche Mengenarten, auf die bei der Interpretation der Messdaten eingegangen werden muss.

Bei optischen Aerosolmessverfahren sind die untere und die obere Messbereichsgrenze als 50%-Zählwahrscheinlichkeit definiert. Die obere Messbereichsgrenze ergibt sich physikalisch bedingt durch Sedimentation von groben Partikeln im Leitungssystem, während die untere Messbereichsgrenze technisch bedingt vom noch zu detektierenden Signal abhängt. Durch die Abnahme des Zählwirkungsgrades mit abnehmender Partikelgröße kann eine Verkleinerung der PSD auftreten (siehe APS-Kurve im Bild 2), was oft zu fehlerhafter Interpretation der Messergebnisse führt. Daher sollte sich der Größenbereich bei der Auswahl von Aerosolmessverfahren über mehrere Größenklassen hinweg überlappen.



Legende

- X1 elektrischer Mobilitätsdurchmesser, in Mikrometer
- X2 aerodynamischer Partikeldurchmesser, in Mikrometer
- Y $q_0^* = dc_n/d\log x$, in reziproken Kubikzentimeter [cm^{-3}]
- 1 Partikelgrößenmessgerät für Motorabgase (EEPS)
- 2 aerodynamisches Partikelgrößenmessgerät (APS)

Bild 2 — Transformierte Dichte der Partikelgrößenverteilung der Partikelanzahlkonzentration eines durch einen Abriebprozess erzeugten Aerosols, analysiert mit einem EEPS und einem APS

6.3 Vorbereitung der Prüfung

6.3.1 Allgemeines

Bei der Vorbereitung der Prüfung müssen die einzelnen grundlegenden Arbeitsvorgänge (d. h. die Aerosol-erzeugung), die Aerosolkonditionierung (festgelegte Optimierung der Aerosoleigenschaften an mess-technische Gegebenheiten) und die Aerosolanalyse (Kopplung mit ausgewählter Messtechnik) miteinander kombiniert werden, um eine quantitative Charakterisierung der Emission zu ermöglichen.

6.3.2 Aerosolhintergrund

Prüfungen zur Partikelfreisetzung sollten nach Möglichkeit in einer partikelfreien Hintergrundatmosphäre durchgeführt werden, um Verunreinigungen durch Fremdpartikel auszuschließen und die Empfindlichkeit bei geringen Mengen freigesetzter Partikel zu erhöhen. Vor und nach der Durchführung der Prüfung muss die Hintergrundkonzentration der Partikel gemessen werden.