

VEREIN
DEUTSCHER
INGENIEUREBestimmung von Asbest
in technischen Produkten
Phasenkontrastmikroskopisches Verfahren

VDI 3866

Blatt 4 / Part 4

Determination of asbestos
in technical products
Phase contrast optical microscopy methodAusg. deutsch/englisch
Issue German/English

*Der Entwurf dieser Richtlinie wurde mit Ankündigung im Bundesanzeiger einem öffentlichen Einspruchsverfahren unterworfen.
Die deutsche Version dieser Richtlinie ist verbindlich.*

The draft of this guideline has been subject to public scrutiny after announcement in the Bundesanzeiger (Federal Gazette).

The German version of this guideline shall be taken as authoritative. No guarantee can be given with respect to the English translation.



Inhalt	Seite	Contents	Page
Vorbemerkung	2	Preliminary note	2
Einleitung	3	Introduction	3
1 Anwendungsbereich	4	1 Field of application	4
2 Definitionen	4	2 Definitions	4
3 Grundlage des Verfahrens	4	3 Principle	4
4 Geräte, Betriebsmittel und Zubehör	5	4 Apparatus and supplies	5
4.1 Geräte	5	4.1 Apparatus	5
4.2 Betriebsmittel und Zubehör	5	4.2 Equipment and accessories	5
4.3 Chemikalien und Präparate	5	4.3 Reagents and preparations	5
5 Probenvorbereitung für die mikroskopische Untersuchung	6	5 Sample preparation for microscopic examination	6
5.1 Allgemeine Hinweise	6	5.1 General	6
5.2 Probenvorbereitung	7	5.2 Sample preparation	7
5.3 Herstellung des Präparates	8	5.3 Producing slide preparations	8
6 Mikroskopische Untersuchung	8	6 Microscopic analysis	8
6.1 Allgemeines	8	6.1 General	8
6.2 Durchführung	9	6.2 Procedure	9
7 Analysenprotokoll	11	7 Analytical record	11
8 Verfahrensbewertung	12	8 Method performance data	12
8.1 Allgemeines	12	8.1 General	12
8.2 Messunsicherheit	12	8.2 Measurement uncertainty	12
8.3 Empfindlichkeit des Verfahrens	14	8.3 Sensitivity of the method	14
9 Qualitätssicherung	14	9 Quality assurance	14
Anhang A Darstellung des vollständigen Analysenganges	15	Annex A Description of the entire analytical process	15
Anhang B Aufschluss von Materialproben	22	Annex B Digestion of material samples	22
Schrifttum	23	Bibliography	23

Kommission Reinhaltung der Luft (KRdL) im VDI und DIN – Normenausschuss

Arbeitsgruppe Messen anorganischer faserförmiger Partikeln
Ausschuss Messen von Innenraumluft

Vorbemerkung

In der Kommission Reinhaltung der Luft (KRdL) im VDI und DIN – Normenausschuss – erarbeiten Fachleute aus Wissenschaft, Industrie und Verwaltung in freiwilliger Selbstverantwortung VDI-Richtlinien und DIN-Normen zum Umweltschutz. Diese beschreiben den Stand der Technik bzw. den Stand der Wissenschaft in der Bundesrepublik Deutschland und dienen als Entscheidungshilfen bei der Erarbeitung und Anwendung von Rechts- und Verwaltungsvorschriften. Die Arbeitsergebnisse der KRdL fließen ferner als gemeinsamer deutscher Standpunkt in die europäische technische Regelsetzung bei CEN (Europäisches Komitee für Normung) und in die internationale technische Regelsetzung bei ISO (Internationale Organisation für Normung) ein.

Folgende Themenschwerpunkte werden in vier Fachbereichen behandelt:

Fachbereich I

„Umweltschutztechnik“

Produktionsintegrierter Umweltschutz; Verfahren und Einrichtungen zur Emissionsminderung; ganzheitliche Betrachtung von Emissionsminderungsmaßnahmen unter Berücksichtigung von Luft, Wasser und Boden; Emissionswerte für Stäube und Gase; anlagenbezogene messtechnische Anleitungen; Handhabung brennbarer Stäube; Minderung der Exposition gegenüber luftfremden Stoffen am Arbeitsplatz; Umweltschutzkostenrechnung

Fachbereich II „Umweltmeteorologie“

Ausbreitung von Luftverunreinigungen in der Atmosphäre; störfallbedingte Freisetzungen; mikro- und mesoskalige Windfeldmodelle; Wechselwirkung zwischen Atmosphäre und Oberflächen; meteorologische Messungen; angewandte Klimatologie; Lufthygienekarten; human-biometeorologische Bewertung von Klima und Lufthygiene; Übertragung meteorologischer Daten

Fachbereich III „Umweltqualität“

Wirkung von Luftverunreinigungen auf Mensch, Tier, Pflanze, Boden, Werkstoffe und Atmosphäre; wirkungsbezogene Mess- und Erhebungsverfahren; Erfassung und Wirkung mikrobieller Luftverunreinigungen; Olfaktometrie; Umweltsimulation

Fachbereich IV

„Umweltmesstechnik“

Emissions- und Immissionsmesstechnik für anorganische und organische Gase sowie für Partikel; optische Fernmessverfahren; Messen von Innenraumluftverunreinigungen; Messen von Boden-

Preliminary note

In the Commission on Air Pollution Prevention of VDI and DIN – Standards Committee (KRdL) experts from science, industry and administration, acting on their own responsibility, establish VDI guidelines and DIN standards in the field of environmental protection. These describe the state of the art in science and technology in the Federal Republic of Germany and serve as a decision-making aid in the preparatory stages of legislation and application of legal regulations and ordinances. KRdL's working results are also considered as the common German point of view in the establishment of technical rules on the European level by CEN (European Committee for Standardization) and on the international level by ISO (International Organization for Standardization).

The following topics are dealt with in four subdivisions:

Subdivision I

„Environmental Protection Techniques“

Integrated pollution prevention and control for installations; procedures and installations for emission control; overall consideration of measures for emission control with consideration given to the air, water and soil; emission limits for dusts and gases; plant-related measurement instructions; the safe processing of combustible dusts; reduction of exposure to air pollutants in the workplace atmosphere, environmental industrial cost accounting

Subdivision II „Environmental Meteorology“

Dispersion of pollutants in the atmosphere; emissions from accidental releases; micro- and meso-scale wind field models; interaction between the atmosphere and surfaces; meteorological measurements; applied climatology; air pollution maps; human-biometeorological evaluation of climate and air hygiene; transfer of meteorological data

Subdivision III „Environmental Quality“

Effects of air pollutants on man, farm animals, vegetation, soil, materials, and the atmosphere; methods for the measurement and evaluation of effects; determination of microbial air pollutants and their effects; olfactometry; environmental simulation

Subdivision IV

„Environmental Measurement Techniques“

Techniques for emission and ambient air measurements of inorganic and organic gases as well as particulate matter; optical open-path measurement methods; measurement of indoor air pollutants,

luftverunreinigungen; Verfahren zur Herstellung von Referenzmaterialien; Prüfpläne für Messgeräte; Validierungsverfahren; Messplanung; Auswerteverfahren; Qualitätssicherung

Die Richtlinien und Normen werden zunächst als Entwurf veröffentlicht. Durch Ankündigung im Bundesanzeiger und in der Fachpresse erhalten alle interessierten Kreise die Möglichkeit, sich an einem öffentlichen Einspruchsverfahren zu beteiligen. Durch dieses Verfahren wird sichergestellt, dass unterschiedliche Meinungen vor Veröffentlichung der endgültigen Fassung berücksichtigt werden können.

Die Richtlinien und Normen sind in sechs Bänden des VDI/DIN-Handbuches Reinhaltung der Luft zusammengefasst.

Einleitung

Asbest fand wegen seiner vielen positiven technischen Eigenschaften in der Vergangenheit vielseitig Anwendung. Dieser Stoff wurde hoch konzentriert eingesetzt, wenn Wärme-, Brand- oder Schallschutzaufgaben zu erfüllen waren und keine nennenswerten statischen Anforderungen gestellt wurden (z.B. für Spritzasbest, Dichtungen, Pappen, Schnüre). In niedrigeren Gehalten wurde Asbest eingesetzt zur Armierung von Materialien, zur Verbesserung von Bruch- und Biegeverhalten (z.B. Asbestzement) oder zur Erhöhung der Elastizität und/oder Viskosität (z.B. von Farben, Klebern, Dichtungen, Straßenbelägen).

Während der Asbestgehalt bei den erstgenannten Anwendungen fast 100 % betragen kann, ist er bei den letztgenannten Produkten deutlich geringer und liegt meist zwischen ca. 1 % und 15 %. Es sind nur wenige Ausnahmen bekannt, bei denen der Asbestgehalt geringer als 1 % ist. Dies betrifft einige Kleber, Versiegelungen und Spachtelmassen.

Die Richtlinie VDI 3866 besteht aus dem grundlegenden Blatt 1 zur Messplanung und zur Entnahme und Aufbereitung der Materialproben [1] sowie vier Folgeblättern zur Asbestbestimmung mit IR-Spektroskopie [2], Röntgendiffraktometrie [3], Phasenkontrastmikroskopie und Rasterelektronenmikroskopie [4].

Alle nicht verfahrensspezifischen Schritte, die der Probenpräparation und Probenanalyse vorausgehen, werden in Blatt 1 behandelt.

Das vorliegende Blatt 4 behandelt die mit vergleichsweise geringem apparativem Aufwand durchführbare qualitative Bestimmung von Asbest und die Abschätzung des Asbestgehaltes mittels Phasenkont-

measurement of soil air pollutants; procedures for establishing reference material; test procedures for measurement devices; validation procedures; measurement planning; evaluation methods; quality assurance

The guidelines and standards are first published as drafts. These are announced in the Bundesanzeiger (Federal Gazette) and in professional publications in order to give all interested parties the opportunity to participate in an official objection procedure. This procedure ensures that differing opinions can be considered before the final version is published.

The guidelines and standards are published in the six-volume VDI/DIN Reinhaltung der Luft (Air Pollution Prevention) manual.

Introduction

Asbestos had many wide-ranging uses in the past, because of its many beneficial technical properties. The material was used in a highly concentrated form when heat insulation, fire prevention or noise insulation objectives were to be met, and no significant static requirements were made on the material (for example in the case of sprayed asbestos, seals, boards, strings). At lower contents, asbestos was used to reinforce materials, to improve fracture and bending characteristics (for example asbestos cement) or to increase elasticity and/or viscosity (for example of dyes, glues, seals, road pavings).

While the asbestos content in the former applications can be virtually 100 %, in the latter products it is significantly lower and is usually between approximately 1 % and 15 %. There are only a few known exceptions where the asbestos content is less than 1 %. This is the case with some glues, sealing compounds and fillers.

Guideline VDI 3866 consists of the fundamental Part 1 on measurement planning and sampling and sample preparation [1] and four supplementary parts on determining asbestos with IR spectroscopy [2], X-ray diffractometry [3], phase-contrast microscopy and scanning electron microscopy [4].

All of the steps which are not method-specific and precede sample preparation and sample analysis are dealt with in Part 1.

Part 4 deals with the qualitative determination of asbestos, and estimation of asbestos content, by means of phase-contrast microscopy, a method which requires relatively little technical equipment. The main