



Thermoanalytische Untersuchungen einer standardisierten Probe zur Bestimmung des löslichen Anteils der alveolengängigen Staub-Fraktion

Sabrina Schäfer¹, Markus Mattenklott² und Dirk Walter¹
Sabrina.Schaefer@anorg.chemie.uni-giessen.de

Einleitung

Die Senatskommission der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) zur Prüfung gesundheitsschädlicher Arbeitsstoffe hat die maximale Arbeitsplatzkonzentration (MAK) der alveolengängigen Fraktion (A-Fraktion) des Allgemeinen Staubgrenzwertes in die Kanzerogenitätskategorie 4 eingestuft und zugleich den MAK-Wert von 1,5 mg/m³ auf 0,3 mg/m³ abgesenkt.^[1] Die wissenschaftsbasierte Ableitung des Grenzwertes beruht auf einer durch den „Partikel“-Effekt hervorgerufenen Wirkung, d.h. die beobachteten Effekte treten durch granuläre biobeständige Stäube (GBS) ohne spezifische Toxizität auf.^[2] Ursache für diese Effekte, wie Entzündungen, Fibrosen und in der Folge auch Tumore in den Alveolen (Lungenbläschen), ist die sich ständig wiederholende Freisetzung sogenannter reaktiver Sauerstoff-Spezies (ROS) durch Makrophagen bei dem Versuch die schwerlöslichen Staubpartikel aufzulösen.

Da die wissenschaftsbasierte Ableitung des A-Fraktion Grenzwertes für granuläre biobeständige Stäube (d.h. für schwerlösliche Stäube) erfolgt ist, bleibt der GBS-Anteil von realen Arbeitsplatzstäuben zu klären. Für eine Standardisierung der anstehenden Löseversuche muss zunächst ein gut reproduzierbares Gemenge aus Stäuben unterschiedlicher Löslichkeit präpariert und charakterisiert werden.

Experimentelle Untersuchungen

Ein Standardgemenge aus gleichen Massenanteilen Natriumchlorid, Calciumsulfat-Dihydrat, Calciumcarbonat, Titan(IV)dioxid, Eisen(III)oxid und Carbon Black Printex 90 wurde elektronenmikroskopisch und thermoanalytisch charakterisiert.^[3]

Ergebnisse

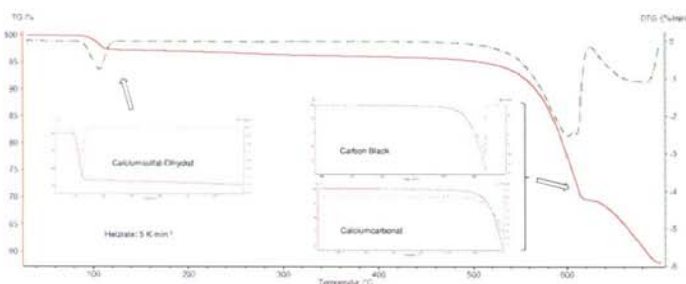


Abbildung 1: TG- und DTG-Kurven des eingesetzten Standardgemenges zur Bestimmung des löslichen Anteils der A-Fraktion (groß) sowie ausgewählter Einzelkomponenten (klein)

Die thermoanalytischen Untersuchungen bezüglich der Komponenten Eisen(III)oxid, Titan(IV)oxid und Natriumchlorid ergeben keine Masseänderung im untersuchten Temperaturbereich. Entsprechende Masseverluste konnten bei den Komponenten Calciumsulfat-Dihydrat, Calciumcarbonat und Carbon Black (Abbildung 1) detektiert werden.

DSC-Messungen der Kristallwasserabgabe von Gips (CaSO₄ · 2 H₂O) zu Anhydrit (CaSO₄) eignen sich zur Überprüfung der Homogenität des Standardgemenges.

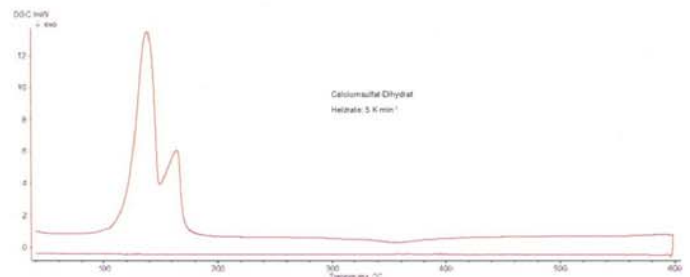


Abbildung 2: DSC-Kurve von Calciumsulfat-Dihydrat.

Abbildung 2 zeigt die zweistufige Kristallwasserabgabe von Gips zu Anhydrit:



Aus der DSC-Messung lässt sich die Umwandlungsenthalpie bestimmen (Tabelle 1).

Ein Verhältnis von 1:6 (Komponente:Gemenge) der untersuchten Umwandlungsenthalpien der Kristallwasserabgabe von Gips belegt die Homogenität des präparierten Standardgemenges.

Tabelle 1: Experimentell ermittelte Umwandlungsenthalpien und -temperaturen von Gips

	ΔH [kJ·mol ⁻¹]	ΔH [kJ·mol ⁻¹] Anteil im Gemenge	T [°C]	T [°C] Anteil im Gemenge
CaSO ₄ · 2 H ₂ O	70,7	12,6	88,7	88,5

Die ermittelten Enthalpien stimmen mit den entsprechenden Literaturdaten überein.^[4]

Zusammenfassung

Elektronenmikroskopische und thermoanalytische Untersuchungen eignen sich sehr gut zur Charakterisierung von Staubproben. Die Thermogravimetrie ermöglicht ebenso wie die DSC eine Quantifizierung der löslichen Anteile. Im vorliegenden Fall dient CaSO₄ · 2 H₂O als kalorimetrische Leitkomponente für die Homogenität des Standardgemenges.

- [1] DFG. MAK- und BAT-Werte Liste. Wiley-VCH. Weinheim; 2012.
- [2] H. Greim, *Gefahrstoffe - Reinhaltung der Luft* 2012, 71, 409.
- [3] S. Schäfer, M. Mattenklott, D. Walter, Proceedings, *GEFTA-STK-Joint Meeting on Thermal Analysis and Calorimetry*, Saarbrücken, 2012, 60.
- [4] K. G. Wakili, E. Hugi, L. Wullschlegler, Th. Frank, *J. Fire Sci.*, 2007, 25, 267.

Gefördert durch die Deutsche Gesetzliche Unfallversicherung (DGUV)