

# Bestimmung von Quarz mittels direkter Analyse des Filtermediums bei der Verwendung des FSP-10-Probenahmesystems und Vergleich mit der KBr-Presslingmethode

V. Schmidt, N. Lamm, M. Maßau, M. Mattenklott

**ZUSAMMENFASSUNG** Es ist hinlänglich bekannt, dass kristallines Siliziumdioxid in der Atemluft Silikose und Lungenkrebs verursachen kann. Daher ist es erforderlich, Stäube von Arbeitsplätzen auf ihren Quarzgehalt zu analysieren. In Deutschland sind zwei Methoden zur Analyse von Quarz etabliert: die Röntgenbeugung, bei der der Staub des belegten Filters auf einen Silberfilter übertragen wird, und die Fourier-Transform-Infrarot-Analyse (FTIR-Analyse), bei der der Staub in einen Kaliumbromid (KBr)-Pressling überführt wird. Beider Methoden erfordern eine umfangreiche Probenvorbereitung und führen damit zu einer Verzögerung, bis das Analyseergebnis vorliegt. Das Ziel ist daher die Entwicklung einer Bestimmungsmethode, bei der die Analyse direkt auf dem beaufschlagten Filtermedium (Direct-on-Filter-Methode, DoF) durchgeführt wird. So ist eine Ergebnisermittlung innerhalb weniger Stunden möglich. Die grundsätzliche Durchführbarkeit wurde bereits in ersten veröffentlichten Studien dargestellt. In Deutschland erfolgt die Probenahme quarzhaltiger Stäube über Cellulosenitratfilter. Bedauerlicherweise eignet sich dieses Material nicht für die DoF-Analyse mittels FTIR. Daher wurden verschiedene Filtermaterialien auf ihre Eignung hin getestet. Der PVC-Filter erwies sich als geeignet, was die bereits durchgeführten Studien bestätigt. Bei der Verwendung von PVC-Filtern ist zu beachten, dass wegen der großen Schwankungen des Filterflächengewichts verschiedene Referenzfilter für die Hintergrundkorrektur benötigt werden. Des Weiteren zeigt sich, dass die Ringabscheidung bei der FSP-10-Probenahme einen maßgeblichen Einfluss auf die Quantifizierung von Quarz hat. Um diesem Umstand Rechnung zu tragen, wurde eine Probenhalterung entwickelt, die die Analyse der Staubverteilung auf dem Filter ermöglicht. Es wurde eine Analysestrategie entwickelt, die noch weiter optimiert werden muss. Um eine Quantifizierung von Quarz bei der DoF-Analyse zu ermöglichen, ist ein Bezug zu einer kalibrierbaren Analysestrategie erforderlich. Die mittels DoF-Analyse untersuchten Filter wurden deshalb anschließend mittels der KBr-Presslingmethode untersucht. Die so ermittelten Quarzmengen wurden für die Kalibrierung der DoF-Methode herangezogen. Aus den durchgeführten Versuchen haben sich darüber hinaus weitere Fragestellungen ergeben, die einer Beantwortung bedürfen. Die Validierung des herausgearbeiteten Verfahrens steht derzeit noch aus.

## Development of Direct-on-Filter determination for the analysis of quartz by using FSP-10 sampling device and comparison with the KBr-Pellet method

**ABSTRACT** The inhalation of respirable crystalline silica has been identified as a causal factor in the development of silicosis and lung cancer. Consequently, it is essential to analyze dust samples from work environments for their quartz content. In Germany, two methods for analyzing quartz have been established: X-ray diffraction, which requires the transfer of dust to a silver filter, and Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), with dust transferred to a potassium bromide (KBr) pellet. Both methods necessitate an extensive sample preparation process, which results in a significant time lag of several weeks before the results are available. To obtain results within a few hours, a direct-on-filter method (DoF) must be developed. The initial published studies demonstrate the feasibility of the proposed approach in principle. In Germany, cellulose nitrate filters are currently employed for the sampling of quartz-containing dusts. However, this material is unsuitable for DoF analysis by FTIR. Consequently, a range of alternative media were evaluated. The PVC filter was identified as a suitable candidate, a conclusion that was corroborated by prior studies. It should be noted that the use of PVC filters necessitates the use of distinct reference filters for background correction, given the considerable variability in filter surface weight. Moreover, the deposition of the ring during FSP-10 sampling has a considerable impact on the quantification of quartz. To address this issue, an adjusting device was developed that enables the analysis of dust distribution through grid-shaped point analysis. An analysis strategy was developed, but it has yet to be tested and optimized in practice. To quantify quartz in the spectra of the DoF analysis, it is necessary to make a reference to a calibratable analysis method. To this end, several FSP-10 samples with varying quartz dust loadings were obtained. Subsequently, the filters were subjected to analysis via the KBr-pellet method, following the implementation of the DoF method. The determined quartz quantities were employed for the calibration of the DoF method. Further inquiries have been identified from the experiments that require further investigation. Validation is still required.

## 1 Einleitung

Es ist bekannt, dass quarzhaltige, alveolengängige Stäube Silikosen und Lungenkrebs verursachen können. Um das berufsbedingte Erkrankungsrisiko zu minimieren, müssen an Arbeitsplätzen Grenzwerte eingehalten werden, die sich international unterscheiden können. Die Einhaltung dieser Grenzwerte kann nur überprüft werden, indem der Quarzgehalt in freigesetzten Stäuben analysiert wird. Bei einer Überschreitung müssen entsprechende Schutzmaßnahmen umgesetzt werden [1].

International kommen verschiedene Probenahme- und Analyseverfahren zum Einsatz, deren Vergleichbarkeit bereits untersucht wurde [2]. Die personengetragene Probenahme alveolengängiger Stäube wird in Deutschland üblicherweise mittels Zyklonabscheidung (zum Beispiel Feinstaubprobenahmesystem, FSP-10) auf einem Cellulosenitratfilter (CN-Filter) umgesetzt. Die Analyse des Quarzes im abgeschiedenen Staub erfolgt gemäß den etablierten Verfahren neben der Röntgendiffraktion auch mittels Infrarotspektroskopie [3].

In der ISO 19087 (2018) sind drei gängige Analysenansätze zur infrarotspektroskopischen Bestimmung von Quarz beschrieben. Neben der direkten Analyse des beaufschlagten Filters (DoF-Methode), kann auch eine indirekte Methode zum Einsatz kommen. Bei der indirekten Methode wird der Staub entweder auf ein Analysenfilter umdeponiert oder in einen Kaliumbromidpressling (KBr-Presslingmethode) überführt [4].

In Deutschland wird derzeit ausschließlich die KBr-Presslingmethode angewendet, die eine umfangreiche Probenaufbereitung erfordert [3]. Aufgrund dessen und der Vielzahl an Proben können zwischen der Probenahme und der Mitteilung des Analyseergebnisses mehrere Wochen vergehen. Um diese Zeitspanne zu minimieren, kann eine direkte infrarotspektroskopische Analyse des beaufschlagten Sammelmediums ohne weitere Probenaufarbeitung die Ergebnisermittlung beschleunigen. Die Besonderheit dabei ist, dass die Analyse nicht zwangsläufig im Labor erfolgen muss, sondern auch mit mobilen Fourier-Transform-Infrarot (FTIR)-Geräten vor Ort direkt nach der Probenahme durchführbar sein soll. Um eine vorläufige Auswertung außerhalb des Labors auch ohne Analytikerinnen und Analytiker anbieten zu können, sind bestimmte Automatisierungsschritte nötig.

Auf internationaler Ebene wurden bereits einige Untersuchungen zu dieser Art der Analyse durchgeführt und veröffentlicht [5; 6]. Das National Institute for Occupational Safety and Health (NIOSH) und das Office for Mine safety and Health Research (OMSHR) haben die Anwendbarkeit an Proben aus dem Bergbau untersucht [7]. Es wurden Tests unter definierten Bedingungen in einer Staubkammer und an realen Arbeitsplätzen durchgeführt. Dabei wurden verschiedene Probenahmesysteme eingesetzt (einschließlich FSP-10), die ausschließlich mit PVC-Filter bestückt wurden. Es hat sich gezeigt, dass die DoF-Methode nur angewendet werden kann, wenn das Verteilungsmuster des Staubes auf dem Filtermedium bekannt ist.

Auch bei der Health and Safety Executive (HSE) wird im Labor die Direct-on-Filter-Methode zur Bestimmung von kristallinem Siliziumdioxid angewendet [8]. Die Probenahme wurde hier mittels Zyklon des Typs Higgins-Dewell durchgeführt. Als wesentlicher Aspekt wird dabei die Umsetzung der Hintergrundkorrektur bei der infrarotspektroskopischen Analyse beschrieben. Der Gewichtsunterschied zwischen dem beaufschlagten Filter und

dem Filter für die Hintergrundkorrektur hat hierbei einen relevanten Einfluss und soll nicht mehr als 0,2 mg betragen.

Die bisherigen Erkenntnisse der Direct-on-Filter-Analyse wurden im Rahmen eines Projektes auf ihre Anwendbarkeit für die in Deutschland etablierte Probenahme überprüft und angepasst.

## 2 Materialien und Methoden

### 2.1 Ausgangssituation in Deutschland

Für die Sammlung alveolengängiger Stäube hat sich die personengetragene Probenahme mit dem Probenahmekopf FSP-10 durchgesetzt [3]. Um die Anforderungen der DIN EN 481 [9] an die Sammlung der alveolengängigen Partikelfraktion zu erfüllen, muss ein Volumenstrom von 10 l/min über die gesamte Probenahmedauer eingehalten werden. Eine Überprüfung des anliegenden Volumenstromes erfolgt zu Beginn und Ende der Probenahme. In den Probenahmekopf wird eine Filterkassette eingesetzt, in der der Filter aus CN eingelegt ist [10].

Um die abgeschiedene Staubelegung auf dem Filter zu ermitteln, wird das Filtermedium vor und nach der Probenahme unter definierten Bedingungen gewogen (23 °C, 50 % relative Luftfeuchte). Eine ausreichend lange Akklimatisierung der Filter im Laborraum ist vor der Wägung sicherzustellen, um Massenunterschiede aufgrund feuchteempfindlicher Filtermaterialien (zum Beispiel CN-Filter) vermeiden zu können. Am Institut für Arbeitsschutz der Deutschen Gesetzlichen Unfallversicherung (IFA) wird während der Wägung die ermittelte Masse und relative Luftfeuchte dokumentiert. Je nach vorliegendem Filtermedium wird die ermittelte Masse anhand einer vorliegenden Kalibrierung auf den Wert von 50 % relative Luftfeuchte umgerechnet. Die korrigierten Werte werden dann für die Berechnung der Staubelegung herangezogen [9].

Die infrarotspektroskopische Analyse mittels KBr-Presslingmethode erfordert folgende Aufarbeitungsschritte [3]:

1. belegten Filter in einen Tiegel überführen,
2. 1,3-Butandiol zugeben und auf einer Heizplatte den Filter veraschen,
3. für 4 h bei 600 °C glühen,
4. zum Glührückstand KBr zugeben,
5. 15-minütige Behandlung im Ultraschallbad (Ablösen von Anbackungen am Tiegel),
6. Staub-KBr-Mischung in einen Metallzylinder überführen und mittels Schwingmühle homogenisieren,
7. Pressling für die infrarotspektroskopische Analyse herstellen.

Aufgrund der Vielzahl an Arbeitsschritten besteht ein erhöhtes Risiko von Verschleppungen oder Querkontaminationen. Um einen Einfluss auf das Ergebnis zu vermeiden, muss eine entsprechend saubere und sorgsame Probenaufarbeitung gewährleistet sein.

Ein weiterer Aspekt betrifft die Herstellung des KBr-Presslings. Es ist darauf zu achten, dass die Staub-KBr-Mischung homogen ist und ein planer Pressling hergestellt wird. Eine keilförmige Ausprägung des Presslings kann zu einer unerwünschten Streuung des IR-Strahls führen. Des Weiteren muss auf eine ausreichende Verdichtung des Presslings geachtet werden, da es sonst zu Intensitätsunterschieden im FTIR-Spektrum kommen kann. Die hygroskopische Eigenschaft des KBr wirkt sich aufgrund der auftretenden Eintrübung ebenfalls auf das erhaltene Spektrum aus. Eine trockene Lagerung des Presslings bis zur Analyse ist damit unumgänglich und sollte so kurz wie möglich sein [11; 12].

Die verschiedenen Einflüsse im Zusammenhang mit der Probenvorbereitung entfallen bei einer direkten Analyse des Filters. Bisherige Ansätze zur Bestimmung mittels Direct-on-Filter-Methode erforderten eine homogene Filterbelegung. Es ist jedoch bekannt, dass sich bei einer Probenahme mit dem FSP-10 eine ringförmige Belegung ausbildet (**Bild 1**). Es ist offensichtlich, dass diese Form einer inhomogenen Belegung einen direkten Einfluss auf diese Bestimmungsmethode hat.

Ein weiterer Aspekt, der bei der quantitativen Bestimmung von Quarz zu beachten ist, ist der Einfluss von Begleitkomponenten in Arbeitsplatzstäuben. Am IFA sind dahingehend umfangreiche Untersuchungen durchgeführt worden, um abzuschätzen, welche Effekte verschiedene Begleitkomponenten auf die Auswertung der Doppelbande des Quarzes im Wellenzahlbereich von 720 bis 850  $\text{cm}^{-1}$  haben. Unter anderem führt die silikogene Komponente Cristobalit zu einer signifikanten Überlagerung der Doppelbande des Quarzes und beeinflusst damit die Quantifizierung deutlich [13].

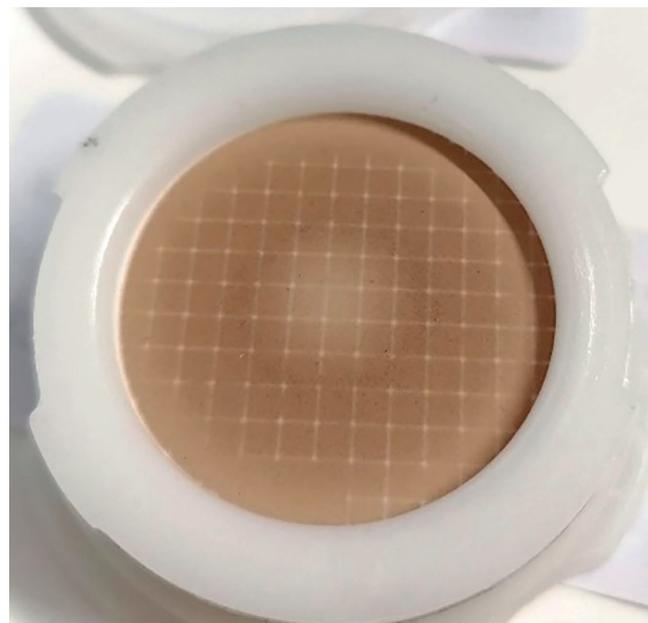
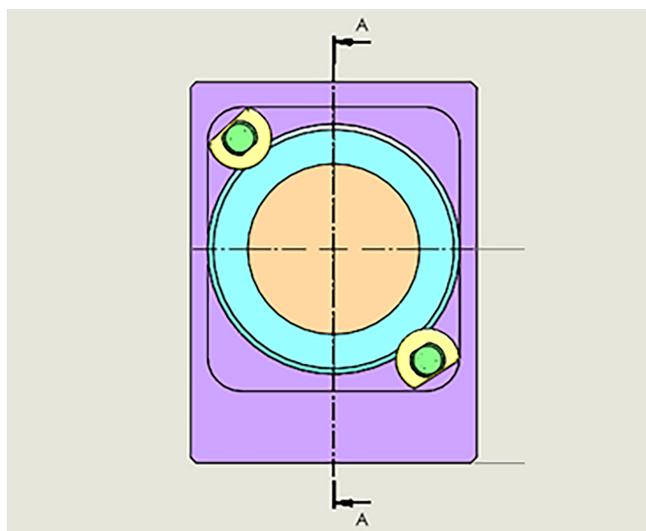
Die Auswertung der Quarzdoppelbande erfolgt mittels des Integrations- und Subtraktionsverfahrens. Über eine Plausibilitätsprüfung wird entschieden, welches Ergebnis final ausgewiesen wird. Eine entsprechende fachliche Expertise ist damit unumgänglich.

Bei der Anwendung der DoF-Analyse im Vergleich zur KBr-Presslingmethode liegt nicht nur das verwendete Filtermaterial als Störkomponente vor, sondern auch Staubbestandteile, die sonst über den Glühprozess bei 600 °C entfernt worden wären.

Vor einer Etablierung dieser Methode sind demnach verschiedene Einflussgrößen zu betrachten und die Anwendbarkeit der DoF-Methode in der Praxis zu überprüfen.

## 2.2 Entwicklung einer Probenhalterung für die infrarotspektroskopische Analyse

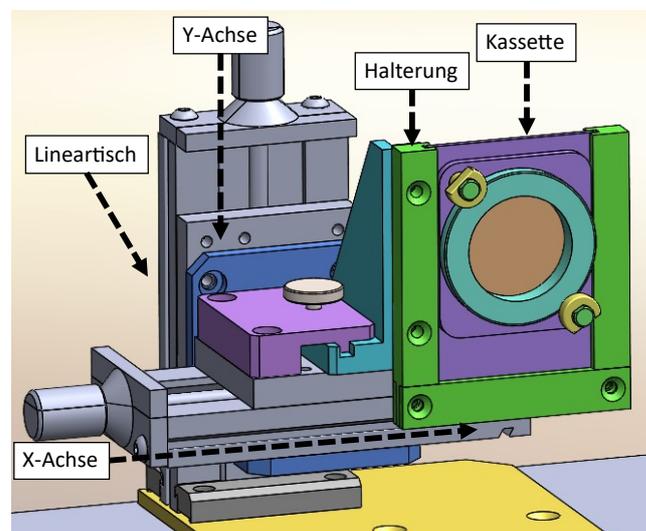
Die infrarotspektroskopischen Analysen wurden an einem FTIR des Typs iS50 der Firma Thermo Fisher durchgeführt. Des Weiteren wurden vergleichende Analysen an einem weiteren Analysengerät des Typs iS10 vorgenommen. Zur Auswertung wurde die Software OMNIC des Geräteherstellers verwendet.



**Bild 1.** Ringabscheidung bei einer FSP-10-Probenahme auf einem CN-Filter. Foto: Autoren

Da die kommerziell erhältlichen Probenhalterungen nicht für die DoF-Methode geeignet waren, musste ein auf die Messanforderungen angepasster Aufbau entwickelt werden. Um die inhomogenen Filterbelegungen charakterisieren zu können, musste diese Halterung so gestaltet werden, dass eine Verschiebung des eingespannten Filters in beiden Achsenrichtungen senkrecht zum IR-Strahl möglich ist.

Es hat sich ein zweiteiliger Aufbau bewährt. Das beaufschlagte Filtermedium wird in eine Filterkassette eingelegt, die wiederum in eine Halterung am Lineartisch eingesetzt wird. Mithilfe von zwei Justierschrauben kann die Filterkassette in der X- und Y-Achse verschoben werden (**Bild 2**). Eine vollständige Umdrehung der Justierschraube entspricht hierbei einer Schrittweite von 0,5 mm ( $\pm 0,02$  mm).



**Bild 2.** Schematische Zeichnungen der Filterkassette (links) und des Lineartisches (rechts) zur Positionierung der Probe im IR-Spektrometer, mit Kennzeichnung der beiden einstellbaren Achsen. Grafiken: Autoren

**Tabelle 1.** Ermittelte Variation der Flächengewichte der verschiedenen Filtermaterialien.

Filtermedium	Bereich der Masse einzelner Filter in mg	Relative Standardabweichung in %
CN	42,60 bis 43,47	0,5
PTFE	33,22 bis 44,97	6,9
PVC	13,06 bis 22,42	13,0

Während der durchgeführten Praxistests hat sich gezeigt, dass die manuell zu bedienenden Justierschrauben durch motorbetriebene Varianten ersetzt werden sollten. Um die Filterkassette mehrere Millimeter zu verschieben, müssen die Justierschrauben mehrmals gedreht werden. Zusätzlich ist aufgrund des Anschlagpunktes der Justierschrauben ein Startpunkt der jeweiligen Achse nicht immer eindeutig zu erkennen. Eine Nutzung motorbetriebener Justierschrauben kann eine Anwendung in der Praxis deutlich vereinfachen und die Fehleranfälligkeit beim Anfahren eines Ausgangspunktes minimieren. Zusätzlich wurde festgestellt, dass die Aussparung in der Filterkassette um rund 1 mm größer ist als der 37-mm-Filter, wodurch es bei einer Wiederholmessung zu einer nicht abschätzbaren Verschiebung des Filters in der Filterkassette kommen kann. Des Weiteren kann eine Kerbe in der Filterhalterung das Einsetzen und Entnehmen des Filters deutlich vereinfachen.

### 2.3 Auswahl eines geeigneten Filtermediums

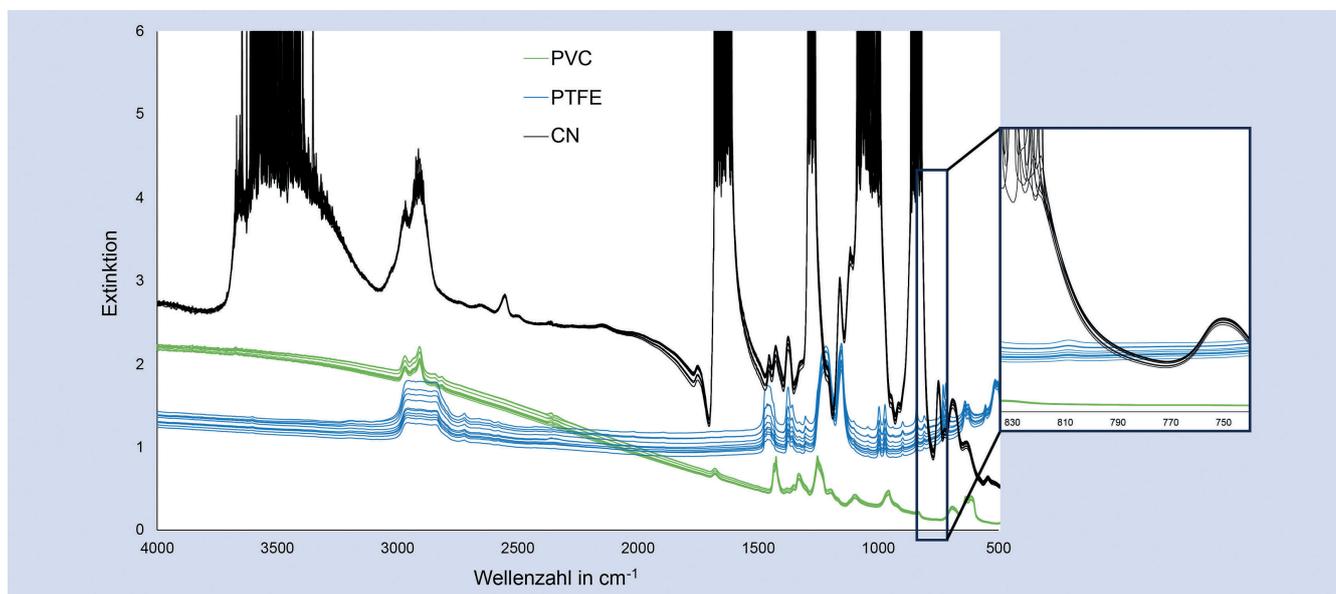
Um die Direct-on-Filter-Methode mittels infrarotspektroskopischer Analyse umsetzen zu können, musste zunächst ein geeignetes Filtermedium ermittelt werden. Es wurden neben dem in Deutschland verwendeten CN-, auch Polyvinylchlorid (PVC)- und Polytetrafluorethylen (PTFE)-Filter untersucht und deren möglicher Einfluss im Bandenbereich der Doppelbande des Quarzes genauer betrachtet. Bei der infrarotspektroskopischen Analyse muss immer wieder eine Hintergrundkorrektur vorgenommen werden, um störende Einflüsse von Verbindungen in der Umge-

bungsluft (zum Beispiel CO<sub>2</sub> oder H<sub>2</sub>O) bereits bei der Aufnahme des Spektrums zu korrigieren. Diese Hintergrundkorrektur kann ebenfalls mithilfe des verwendeten Filtermediums durchgeführt werden und so zu einer verbesserten Sichtbarkeit des auszuwertenden Signals führen. Der Einfluss einer Hintergrundkorrektur mit und ohne Filtermedium wurde bei der Wahl des Filtermediums mit betrachtet. Ein weiterer Einflussfaktor kann das Flächengewicht des Filters sein, weshalb die Massen der Filter ebenfalls ermittelt und bei der Interpretation der Spektren berücksichtigt wurden.

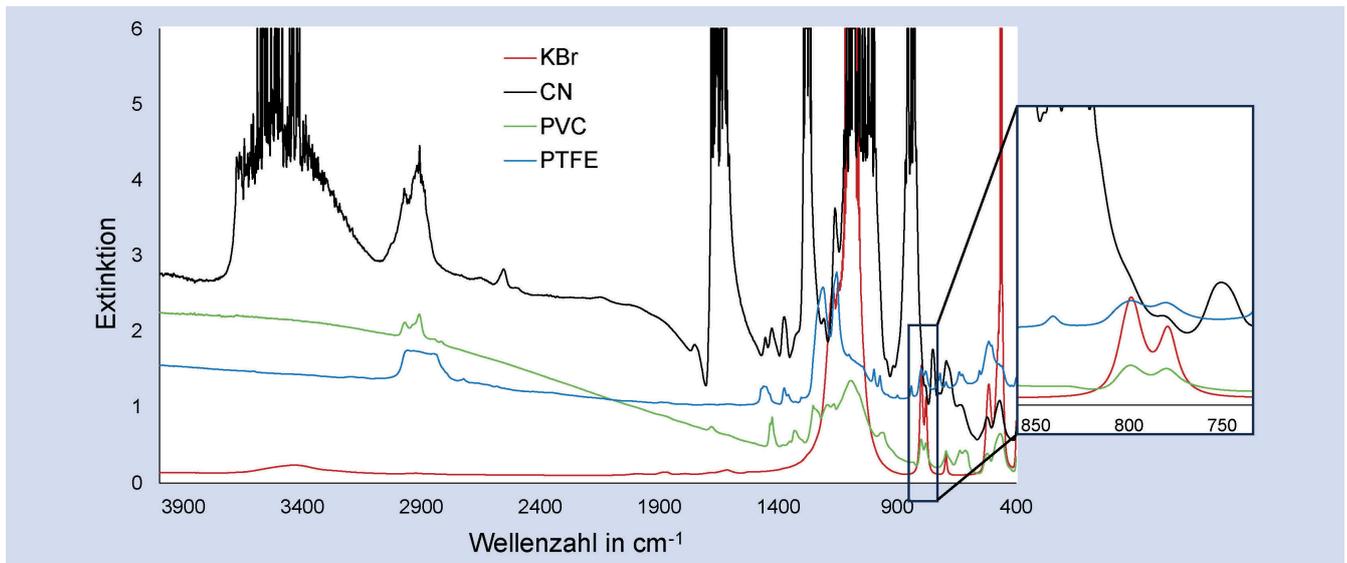
Die Homogenität der Flächengewichte wurde für CN- und PTFE-Filter an je 20, für PVC-Filter an 30 Stück untersucht. In **Tabelle 1** sind die Variationsbreiten der Flächengewichte und die damit einhergehende maximale Abweichung vom Mittelwert für die verschiedenen Filtermaterialien zusammengestellt. Für einen direkten Vergleich der verschiedenen Filtertypen, wurden jeweils zehn Filter ohne eine vorgenommene Hintergrundkorrektur analysiert. Die erhaltenen Spektren sind in **Bild 3** einander gegenübergestellt.

Die Spektren der PTFE-Filter (blau) variieren sehr stark und die Auswirkungen auf die Quarzdoppelbande sind dadurch schlecht abschätzbar. Die beobachtete Variation steht bei den PTFE-Filtern nicht im Zusammenhang mit der Masse des Filters. Die Spektren der CN-Filter (schwarz) im Wellenzahlbereich von 800 cm<sup>-1</sup> weisen einen markanten Verlauf auf, wodurch von einer Überlagerung mit der Doppelbande des Quarzes ausgegangen werden kann. Die PVC-Filter (rot) weisen im Gegensatz dazu kaum eine Variation im Spektrum auf und auch eine Störung des Quarzsignals ist hier nicht zu erwarten.

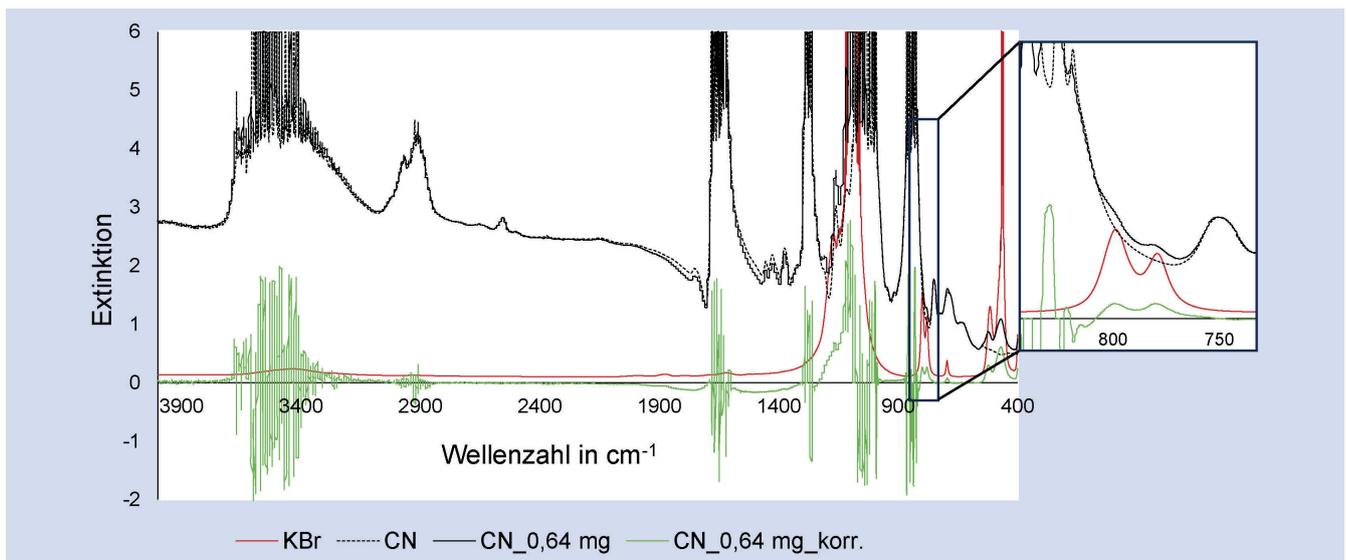
Um den Einfluss auf das Quarzsignal selbst zu überprüfen, wurden die verschiedenen Filtertypen mittels Vakuumfiltration mit Quarz belegt. Auch wenn die Filtration nicht für jedes Filtermaterial in gleichem Maße gut umgesetzt werden konnte, wurden aussagekräftige Ergebnisse erzielt. In **Bild 4** sind die erhaltenen Spektren der DoF-Analyse einem Spektrum der KBr-Presslingmethode gegenübergestellt. Aus dieser Auftragung ist ersichtlich, dass die Quarzdoppelbande bei der Analyse auf einem CN-Filter in der linken Flanke stark gestört ist, wodurch die Auswertung



**Bild 3.** IR-Spektren der verschiedenen Filtermaterialien (je zehn Filter) ohne Hintergrundkorrektur. Grafik: Autoren



**Bild 4.** IR-Spektren verschiedener mit Quarz belegter Filtermaterialien der DoF-Analyse (CN=schwarz, PVC=grün, PTFE=blau,  $m_{\text{Quarz}}=0,6$  bis  $0,8$  mg) im Vergleich zu einem Spektrum der KBr-Presslingmethode (rot,  $m_{\text{Quarz}}=1,00$  mg). Grafik: Autoren

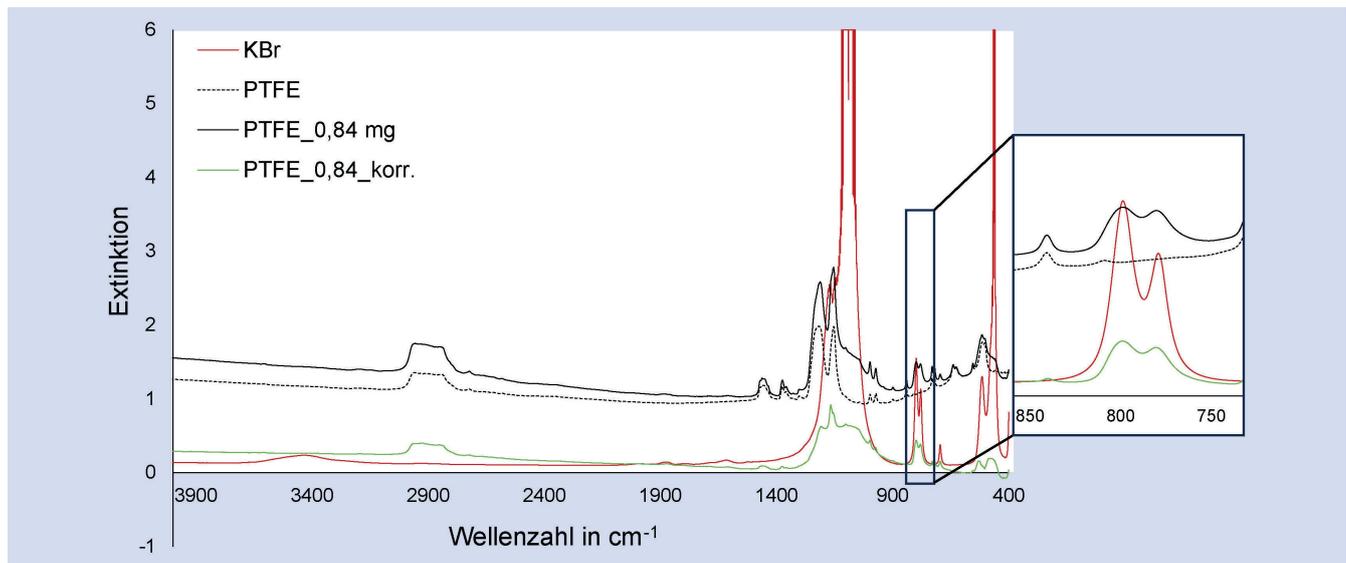


**Bild 5.** IR-Spektren ohne Hintergrundkorrektur (schwarz) für CN-Filter ohne (gestrichelt) und mit (durchgezogen)  $0,64$  mg Quarz belegt. Zusätzlich sind das mit einem Leerfilter korrigierte Spektrum ( $\hat{=}$  Hintergrundkorrektur) des belegten Filters (grün) und das Spektrum der KBr-Presslingmethode (rot,  $m_{\text{Quarz}}=1,00$  mg) dargestellt. Grafik: Autoren

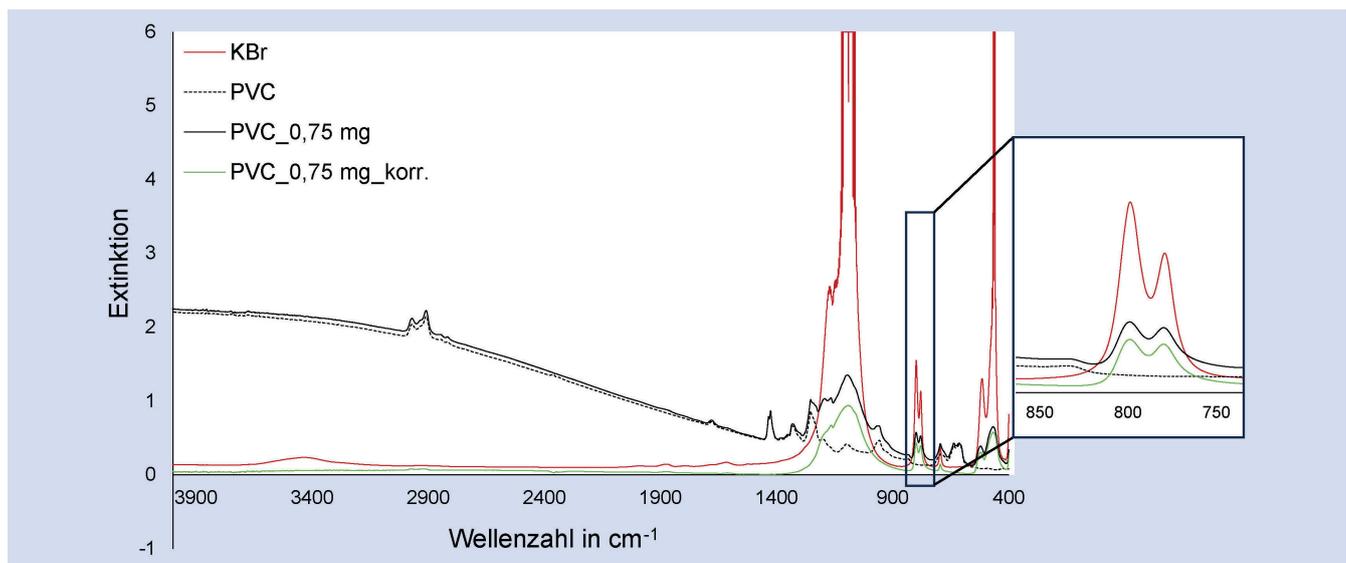
des Quarzsignals zum Teil unmöglich ist. Bei der Analyse der PTFE- und PVC-Filter konnten solch starke Störungen des Quarzsignals nicht beobachtet werden. Die Analyse der PVC-Filter hat sich im Vergleich mit den PTFE-Filtern dabei als reproduzierbarer erwiesen.

In den **Bildern 5 bis 7** sind für die verschiedenen Filtermaterialien die Spektren mit unterschiedlicher Hintergrundkorrektur dargestellt. Das Spektrum eines Leerfilters (schwarz, gestrichelt) und eines beaufschlagten Filters (schwarz, durchgezogen) wurden hier mittels Hintergrundmessung gegen Luft erzeugt. Das Spektrum des beaufschlagten Filter wurde in einer erneuten Analyse aufgenommen (grün), mit einer vorherigen Hintergrundmessung basierend auf einem Leerfilter mit ähnlicher Leermasse. Zusätzlich ist das Spektrum einer Analyse mittels KBr-Presslingmethode (rot) dargestellt.

Grundsätzlich führte die Hintergrundkorrektur unter Verwendung eines Leerfilters bei allen Filtermedien zu einer unterschiedlich ausgeprägten Verbesserung der Sichtbarkeit des Quarzsignals. Bei dem CN-Filter ist aber klar zu erkennen, dass die linke Flanke der Doppelbande unkontrollierbar gestört bleibt. Bei der Analyse des PTFE-Filters führte die Hintergrundkorrektur im dargestellten Beispiel zu einer sehr guten Sichtbarkeit des Signals. Dies ist darauf zurückzuführen, dass hier das IR-Spektrum des leeren Filters herangezogen wurde, der im Anschluss mit Quarz belegt wurde. Die Variabilität des PTFE-Spektrums ist dadurch nicht zum Tragen gekommen ist (Bild 3). In der Praxis ist dieses Vorgehen jedoch nicht sinnvoll umsetzbar, weshalb der PTFE-Filter nicht weitergehend untersucht wurde. Für die PVC-Filter zeigte sich, dass mittels einer Hintergrundkorrektur mit einem PVC-Leerfilter ähnlicher Masse die leichte Störung in der linken Flanke



**Bild 6.** IR-Spektren ohne Hintergrundkorrektur (schwarz) für PTFE-Filter ohne (gestrichelt) und mit (durchgezogen) 0,84 mg Quarz belegt. Zusätzlich sind das mit einem Leerfilter korrigierte Spektrum ( $\hat{=}$  Hintergrundkorrektur) des belegten Filters (grün) und das Spektrum der KBr-Presslingmethode (rot,  $m_{\text{Quarz}} = 1,00$  mg) dargestellt. Grafik: Autoren



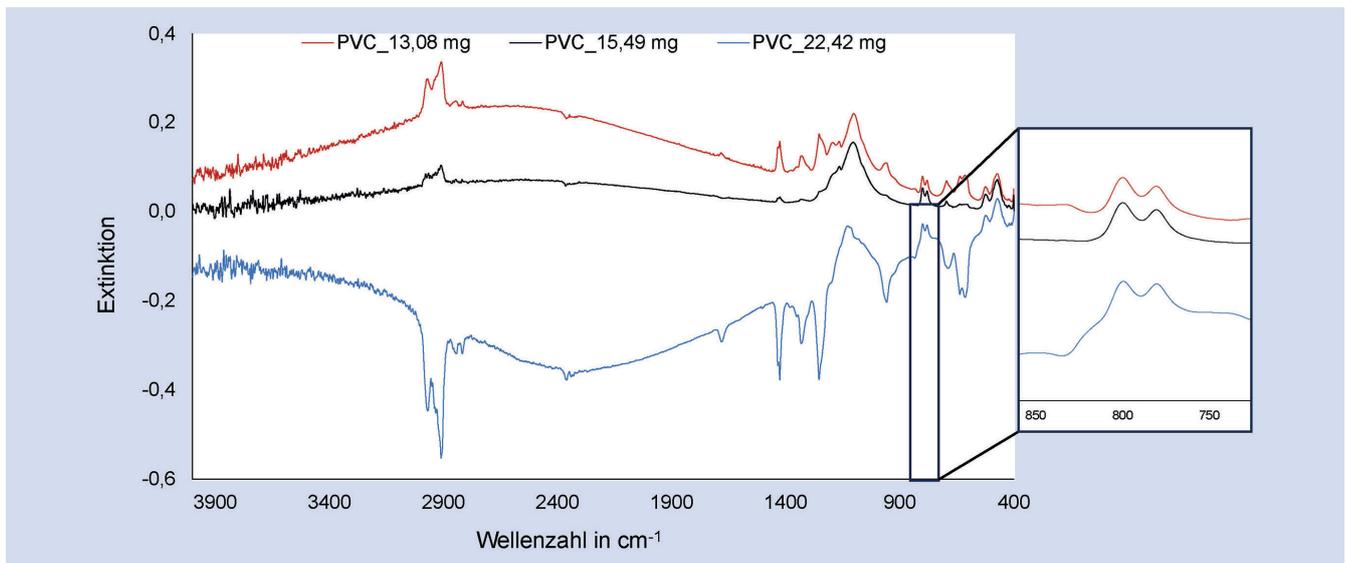
**Bild 7.** IR-Spektren ohne Hintergrundkorrektur (schwarz) für PVC-Filter ohne (gestrichelt) und mit (durchgezogen) 0,75 mg Quarz belegt. Zusätzlich sind das mit einem Leerfilter korrigierte Spektrum ( $\hat{=}$  Hintergrundkorrektur) des belegten Filters (grün) und das Spektrum der KBr-Presslingmethode (rot,  $m_{\text{Quarz}} = 1,00$  mg) dargestellt. Grafik: Autoren

ke der Doppelbande effektiv und reproduzierbar unterdrückt werden kann. Eine Hintergrundkorrektur mithilfe von Leerfiltern erscheint daher notwendig, um den Einfluss des Filtermediums auf die Quarzdoppelbande zu minimieren. Aus den durchgeführten Untersuchungen mit den verschiedenen Filtermedien hat sich für die DoF-Methode der PVC-Filter als geeignet herausgestellt, was die Ergebnisse bisheriger Veröffentlichungen bestätigt.

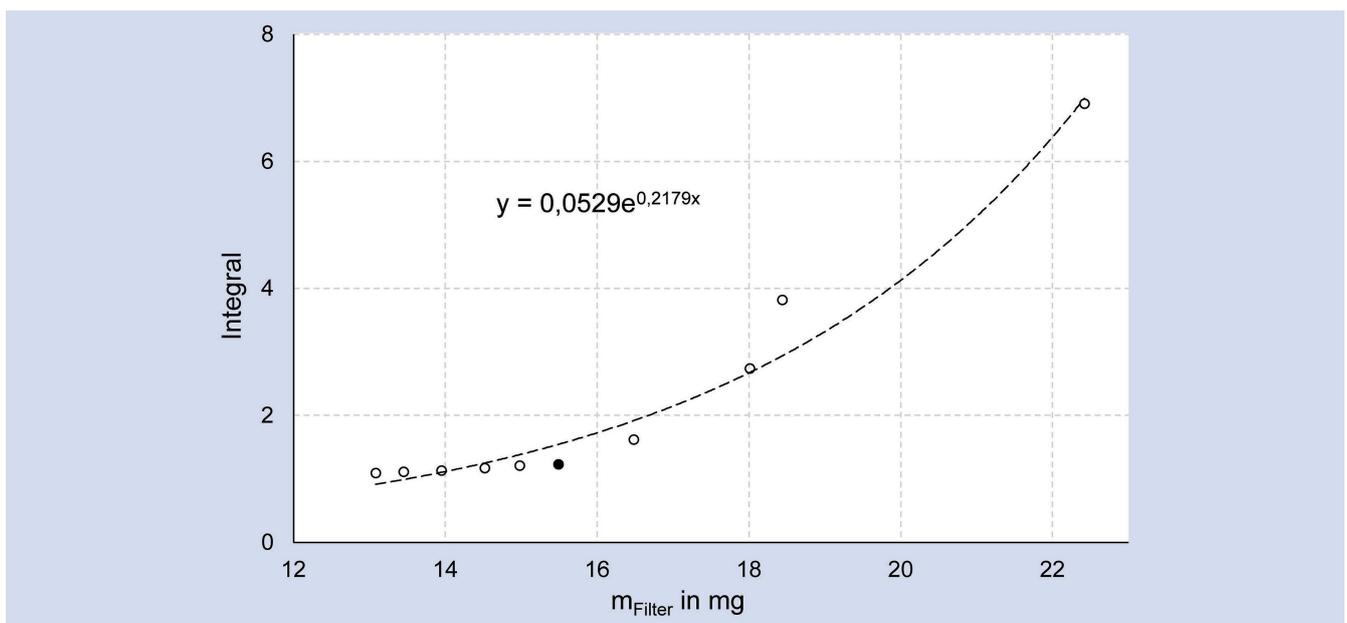
PVC-Filter neigen allerdings sehr stark zu elektrostatischen Aufladungen, was sich nicht nur bei der Wägung des Filters bemerkbar macht, sondern bei losen aufliegenden Stäuben zu relevanten Verlusten führen kann. Wie aus Tabelle 1 ersichtlich ist, variieren die Flächengewichte der PVC-Filter sehr stark, was bei der Hintergrundkorrektur mithilfe eines Leerfilters zu beachten ist. In **Bild 8** ist zu erkennen, wie sich der Verlauf eines Spek-

trums einer beaufschlagten Probe verändert, wenn bei der Hintergrundkorrektur Leerfilter unterschiedlicher Massen herangezogen werden.

Die visuell erkennbare deutliche Verschiebung im Bereich der linken Flanke im Spektrum beeinflusst die Ergebnisse der Auswertung mittels Integration des Quarzsignals sehr stark. Wenn die Ergebnisse der Integration gegen die Masse des verwendeten Leerfilters aufgetragen werden, ergibt sich ein exponentieller Verlauf (**Bild 9**). Ist die Masse des Leerfilters signifikant schwerer als die des beaufschlagten Filters, hat dies einen größeren Einfluss als bei Verwendung eines leichteren Leerfilters. Dies bedeutet, dass bei der Wahl des Leerfilters für die Hintergrundkorrektur eher auf einen Filter mit einer minimal geringeren Masse zurückgegriffen werden sollte. Eine Massendifferenz größer als 0,5 mg



**Bild 8.** IR-Spektren eines belegten PVC-Filters ( $m_{\text{leer}} = 15,75$  mg) mit Hintergrundkorrektur mittels Leerfilter unterschiedlicher Massen (rot = 13,08 mg, schwarz = 15,49 mg, blau = 22,42 mg). Grafik: Autoren



**Bild 9.** Abhängigkeit der integralen Fläche der Quarzdoppelbande von der Masse des Leerfilters der Hintergrundkorrektur (gefüllter Datenpunkt  $\hat{=}$  ideale Hintergrundkorrektur). Grafik: Autoren

sollte daher vermieden werden. Bei der Verwendung des Verfahrens der Subtraktion zur Ermittlung der integralen Intensität sind die Fehler insgesamt niedrige, die Störung der linken Flanke kann aber dadurch nicht störungsfrei kompensiert werden.

Des Weiteren wurden PVC-Filter verschiedener Hersteller miteinander verglichen. Die Filtergewichte variierten unterschiedlich stark. Bei gleicher Filtermasse konnte dennoch kein relevanter Unterschied zwischen den Spektren festgestellt werden.

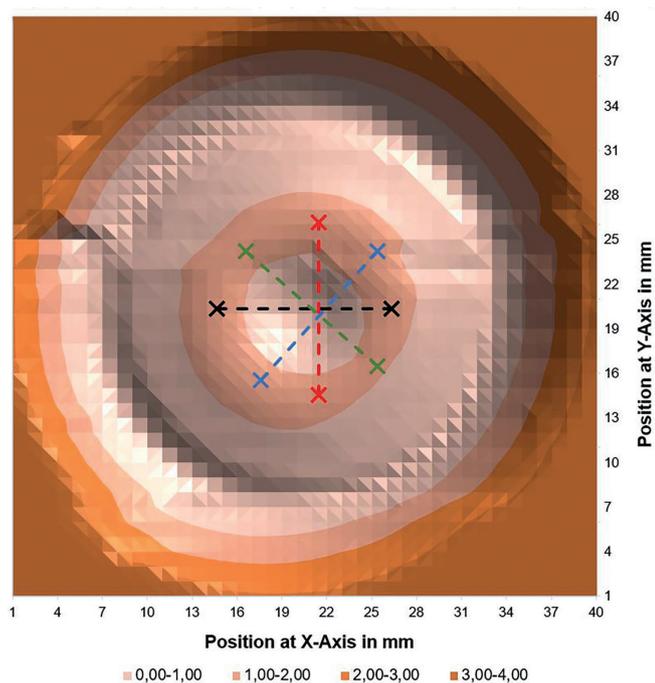
## 2.4 Verteilungsmuster des Staubes auf dem Filter

Die Kenntnis über die Staubverteilung auf dem Filter ist essenziell für die Quantifizierung. Um diese zu ermitteln, wurden sowohl PVC- als auch CN-Filter in einem Staubkanal im Techni-

kum des Instituts für Gefahrstoffforschung der Berufsgenossenschaft Rohstoffe und chemische Industrie (IGF) unter Verwendung von FSP-10-Probenahmesystemen mit Quarz beaufschlagt.

Als Quarzstandard wurde das Material SF800 der Fa. Quarzwerke Frechen verwendet (97,5 % Quarz, mittlere Korngröße  $3 \mu\text{m}$ , maximale Korngröße  $6 \mu\text{m}$ ) [14]. Es wurde eine wässrige Quarzsuspension mit bekannter Konzentration hergestellt. Über einen Suspensionsvernebler wurde eine definierte Menge der Suspension in den Staubkanal eingetragen und über Ventilatoren homogen verteilt. Durch die Variation der Probenahmedauer konnten unterschiedliche Quarzbelegungen erreicht werden.

Die Ringabscheidung der FSP-Probenahme stellt bei der DoF-Methode eine besondere Herausforderung dar. Es war zu erwarten, dass je nach gewähltem Messpunkt auf dem Filter unter-



**Bild 10.** Verteilungsmuster der Ringabscheidung (FSP-10) auf einem PVC-Filter, mit zusätzlich markierten Punkten für die Homogenitätsberechnung der Ringabscheidung. Foto: Autoren

**Tabelle 2.** Rechnerische Überprüfung der Ringhomogenität.

Achse	Differenz	Mittelwert
Rot	0,10	1,140
Schwarz	0,09	1,145
Blau	0,15	1,115
Grün	0,01	1,155

schiedliche Quarzgehalte ermittelt werden. Um diese Abhängigkeit abbilden und für die Praxisanwendung bewerten zu können, wurde die gesamte belegte Fläche eines PVC-Filters im Abstand von 1 mm entlang der X- und Y-Achse analysiert. Zur Vereinfachung wurde hierfür nicht an jedem Punkt ein Spektrum aufgenommen und dieses ausgewertet, sondern lediglich die durch die Probe verursachte Absorption der IR-Strahlung notiert. Das resultierende Verteilungsmuster für die Ringabscheidung ist in **Bild 10** dargestellt.

An Position 23 der Y-Achse ist ein Versatz in der Darstellung zu erkennen. Dieser ist darauf zurückzuführen, dass die Messung über zwei Tage durchgeführt und der Filter zwischenzeitlich wieder in die Probenahmekapsel zurückgelegt wurde. Bereits beim Einlegen des Filters in die Filterkassette konnte ein Spielraum von etwa 1 mm beobachtet werden. Hinzu kommt der Spielraum der Filterkassette in der Halterung des Lineartisches. Allein diese Abweichungen zeigen, dass die Messung eines Filters an nur einer Position nicht zuverlässig funktioniert. Es ist somit zwingend erforderlich, einen vorgegebenen Bereich des Filters zu untersuchen, um den optimalen Messpunkt für die Quantifizierung zu ermitteln. Ein weiterer Aspekt, der sich aus der Darstellung ableiten lässt, ist die Inhomogenität der Ringabscheidung selbst. Zur rechnerischen Überprüfung wurden die Maxima auf mehreren

Achsen ermittelt (dargestellt als farbige Kreuze in Bild 10). Für jede Achse wurden die Differenz und der Mittelwert gebildet. Nur wenn keine Differenz vorliegt und auch der Mittelwert für alle Achsen gleich ist, kann von einer homogenen Ringabscheidung ausgegangen werden. Wie in **Tabelle 2** dargestellt, sind diese Anforderungen nicht erfüllt.

Die Inhomogenität der Ringabscheidung kann verschiedene Ursachen haben. Zunächst kann vermutet werden, dass diese durch den Aufbau des Zyklonabscheiders verursacht wird, da der Lufterlass am Zyklon seitlich angebracht ist. Des Weiteren kann die Länge und Form des Luftauslasses oberhalb der Filterkassette die Ringabscheidung zusätzlich beeinflussen. Daneben kann möglicherweise auch eine falsche Handhabung der Probenahmeköpfe oder Verschleißerscheinungen des Probenahmesystems der Grund sein. Daher sind weitere Untersuchungen nötig, um zu klären, ob die inhomogene Abscheidung systematisch oder zufällig auftritt.

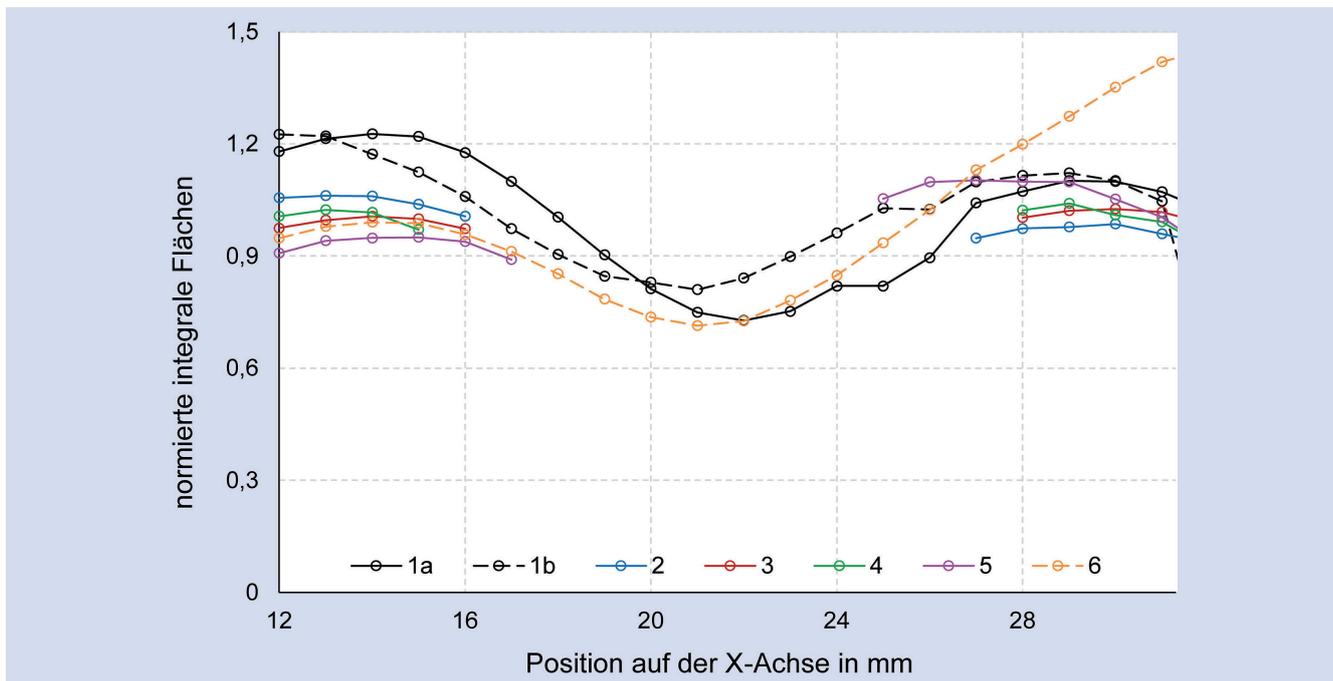
In der Praxis ist eine Absorptionsbestimmung über die gesamte belegte Filterfläche nicht umsetzbar, weshalb eine praxistaugliche Variante herausgearbeitet wurde. Um geringe Quarzgehalte bestimmen zu können, sollte auf dem Filter ein Messpunkt mit einer möglichst hohen Staubelegung für die Analyse herangezogen werden. Dieses Maximum befindet sich genau auf der Ringabscheidung und wird zunächst über die Änderung der IR-Absorption lokalisiert. Von diesem Punkt aus wird entlang einer geraden Achse im Abstand von 1 mm jeweils ein IR-Spektrum aufgenommen, sodass am Ende mindestens zehn Spektren für eine Auswertung zur Verfügung stehen. Mittels Integration wird die Quarzdoppelbande ausgewertet. In **Bild 11** wurden die erhaltenen (normierten) Integrale der beaufschlagten PVC-Filter einander gegenübergestellt. Die Ringabscheidung ist auch hier deutlich zu erkennen, ebenso wie deren Inhomogenität. Des Weiteren ist zu erkennen, dass die Positionen der Ringmaxima stark variieren (links: 12 bis 15 mm, rechts: 27 bis 32 mm), ebenso wie der Abstand zwischen den Maxima (12 bis 19 mm). Die hier abgeleiteten Positionen stellen die Grundlage für die weitere Quantifizierung dar.

## 2.5 Quantifizierung der Quarzmasse

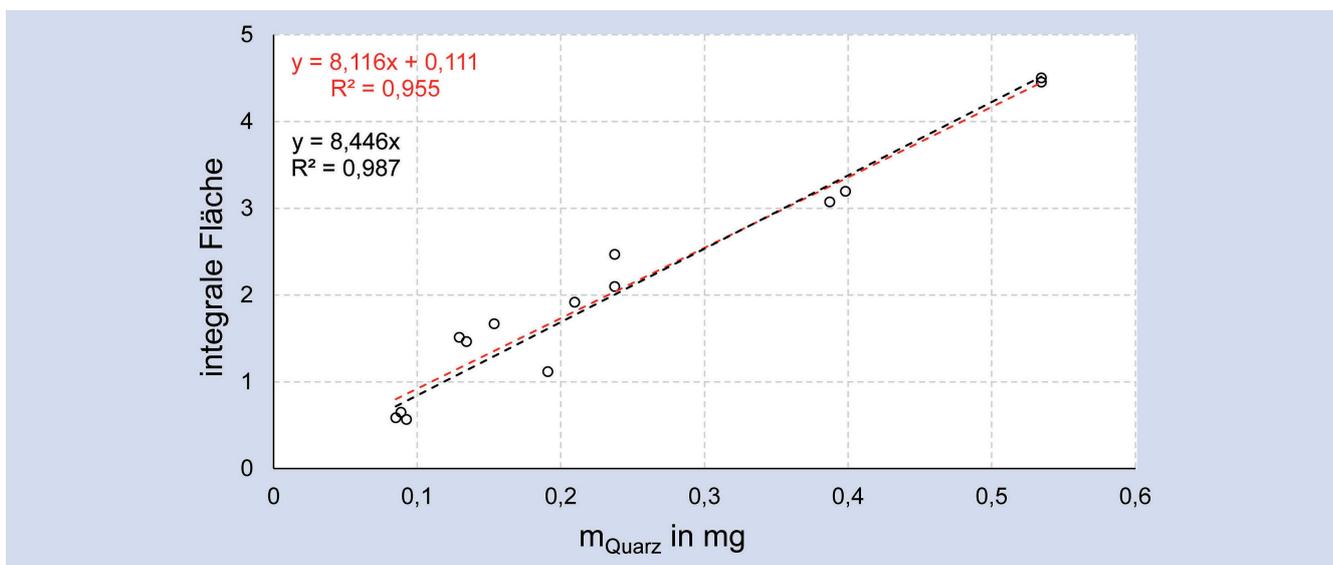
Die Grundlage für eine Quantifizierung ist die Erstellung einer Kalibriergeraden, bei der das ausgewertete Signal (zum Beispiel das Integral) gegen die bekannte Menge des zu analysierenden Stoffes aufgetragen wird. Im Idealfall kann die entstehende Kurve über eine lineare Funktion beschrieben werden. Diese Funktion stellt dann die Grundlage für nachfolgende Quantifizierungen dar.

Im Falle der DoF-Methode sind dafür PVC-Filter mit einer bekannten Quarzmasse zu beaufschlagen. Eine Belegung der Filter mittels Filtration einer Quarzsuspension scheidet aus, da zum einen dadurch die Ringabscheidung nicht erreicht werden kann und zum anderen präparative Probleme bei der Beaufschlagung von PVC-Filtern mittels Suspension festgestellt wurden.

Um dennoch eine Kalibrierung zu erzeugen, wurden die Filter unter definierten Bedingungen und unter Verwendung des FSP-10 im Staubkanal des IGF mit verschiedenen Quarzmassen belegt. Diese Filter wurden nach erfolgter DoF-Analyse einer weiteren Analyse unterzogen, für die eine Kalibrierung vorliegt (hier KBr-Presslingmethode). Die daraus ermittelten Quarzmassen wurden als Sollwerte abschließend gegen die integrale Intensität aus der DoF-Analyse aufgetragen (**Bild 12**).



**Bild 11.** Auftragung ausgewählter Profile beaufschlagter PVC-Filter (FSP-10). Von 1 zu 6 steigt die Probenahmedauer und damit die Belegung an.  
Grafik: Autoren



**Bild 12.** Auftragung der integralen Intensität aus der Direct-on-Filter-Analyse gegen die ermittelte Quarzmasse aus der KBr-Presslingmethode.  
Grafik: Autoren

Die Auftragung ergibt eine Korrelation zwischen den mittels Integration erhaltenen Flächenwerten der DoF-Analyse und den mittels Subtraktionsverfahren ermittelten Quarzmassen aus der KBr-Presslingmethode. Die so erhaltene Funktion der Kalibriergerade kann für eine Quantifizierung herangezogen werden.

In Bild 12 sind zwei Regressionen dargestellt (mit und ohne Schnittpunkt durch den Achsenursprung). Es wird angenommen, dass die durch den Nullpunkt gezwungene Regression einer realen Probe näherkommt, da davon ausgegangen werden kann, dass kein Messsignal erzeugt wird, wenn kein Quarz in der Probe enthalten ist.

Um die Nachweisgrenze dieses Analysenverfahrens abschätzen zu können, muss auch hier auf ein kalibrierfähiges Verfahren zurückgegriffen werden. Mit dem Standardverfahren am IFA [3] kann eine Quarzmasse von 5 µg in einem KBr-Pressling nachgewiesen werden. Die Quarzdoppelbande im Spektrum wird durch eine geringere Quarzmasse verursacht, als im gesamten Pressling vorhanden ist, da der IR-Strahl nur einen Teil des Presslings durchstrahlt. Mithilfe eines Messschiebers wurde die Strahlbreite des IR-Strahls am Nicolet iS50 ermittelt. Es wurde davon ausgegangen, dass die Streuung der Absorption zunimmt, sobald ein Teil des IR-Strahls durch die Kante des Messschiebers reflektiert oder gebeugt wird. Aus diesem Versuch hat sich eine Strahlbreite



**Bild 13.** Aufbau des Teststandes und Positionierung der FSP-Probenahme für die DoF-Methode. Foto: Autoren

des IR-Strahles von etwa 0,6 cm ( $\pm 0,05$  cm) ergeben. Des Weiteren wird davon ausgegangen, dass der IR-Strahl kreisförmig ausgeprägt ist. Die Berechnung der Masse die notwendig ist, um ein Messsignal zu erzeugen beruht auf folgender Formel:

$$m_{Q,IR} = \frac{A_{IR}}{A_{KBr}} \cdot m_{Q,KBr} \quad (1)$$

$m_{Q,IR}$  = Masse Quarz der im IR-Strahl vorliegt,

$m_{Q,KBr}$  = Masse Quarz die im KBr-Pressling vorliegt (5  $\mu\text{g}$ ),

$A_{IR}$  = kreisförmige Fläche des IR-Strahls ( $d = 6 \text{ mm} \rightarrow 28,27 \text{ mm}^2$ ),

$A_{KBr}$  = kreisförmige Fläche des KBr-Presslings ( $d = 13 \text{ mm} \rightarrow 132,73 \text{ mm}^2$ ).

Um die Quarzdoppelbande bei der KBr-Presslingmethode zu erzeugen, müssen mindestens 1,06  $\mu\text{g}$  Quarz im IR-Strahl vorliegen. Für die Direct-on-Filter-Methode bedeutet dies:

$$m_{Q,IR} = \frac{A_{Filter}}{A_{IR}} \cdot m_{Q,IR} \quad (2)$$

$m_{Q,DoF}$  = Masse Quarz auf dem Filter für die Direct-on-Filter-Methode,

$A_{Filter}$  = Belegte Fläche auf dem Filter ( $d = 30 \text{ mm} \rightarrow 706,86 \text{ mm}^2$ ).

Daraus ergibt sich eine Mindestmasse an Quarz von 26,5  $\mu\text{g}$ , die auf der belegten Fläche des Filters vorliegen muss. Die Nachweisgrenze für die DoF-Methode ist damit in etwa um den Faktor 5 schlechter im Vergleich zur KBr-Presslingmethode.

Zu beachten ist bei der hier dargestellten Ableitung der Nachweisgrenze, dass die Berechnung für homogen belegte Filter gilt. Bezogen auf die beim FSP-10 beobachtete Ringabscheidung kann vermutet werden, dass eine etwas geringere Quarzmasse zur Erzeugung eines Messsignals notwendig ist, der Effekt aber nicht zu einer relevant niedrigeren Nachweisgrenze führt.

## 2.6 Anwendung der Direct-on-Filter-Methode bei Arbeitsplatzmessungen

Die Quantifizierung mittels DoF-Methode konnte bei Filtern sehr gut angewendet werden, die unter definierten Bedingungen im Staubkanal des IGF (homogene Staubverteilung im Raum) mit reinem Quarzstaub beaufschlagt wurden (= Idealproben). Inwieweit die Quantifizierung auch bei realen Probenahmen umgesetzt werden kann, wurde in einem ersten Versuch betrachtet.

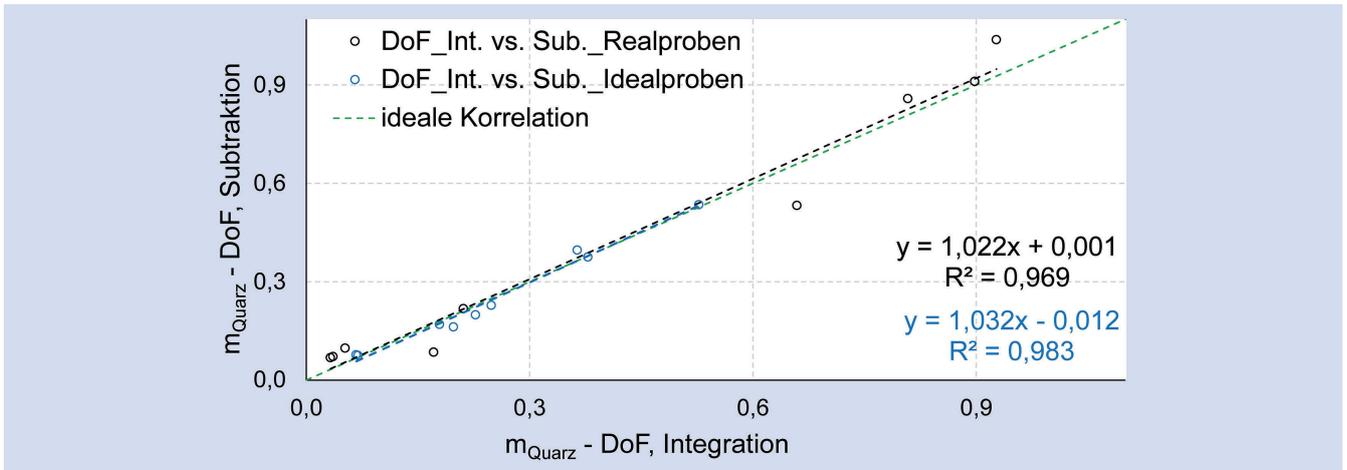
An der Bayrischen Bauakademie in Feuchtwangen betreibt die Berufsgenossenschaft der Bauwirtschaft (BG BAU) einen Teststand zur Überprüfung handgeführter Maschinen und Geräte. Unter definierten klimatischen und räumlichen Bedingungen werden verschiedene stauberzeugende Tätigkeiten durchgeführt, die einer typischen Arbeitsaktivität entsprechen (zum Beispiel handgeführtes Schneiden von Betonsteinen). Die Beaufschlagung der Filter für die DoF-Methode erfolgte als stationäre Probenahme im Bereich der Staubeentwicklung (**Bild 13**).

Während der Probenahme kam es zu einem Ausfall des verwendeten Industriestaubsaugers, der zur direkten Absaugung der handgeführten Maschine genutzt wurde. Dieser Ausfall führte zu einer sehr starken Staubeentwicklung, die in einem normalen Arbeitsumfeld so nicht zu erwarten ist. Für die Anwendbarkeit der DoF-Methode stellen die dabei belegten Filter jedoch eine hervorragende Möglichkeit dar, die Grenzen des Verfahrens auszuloten.

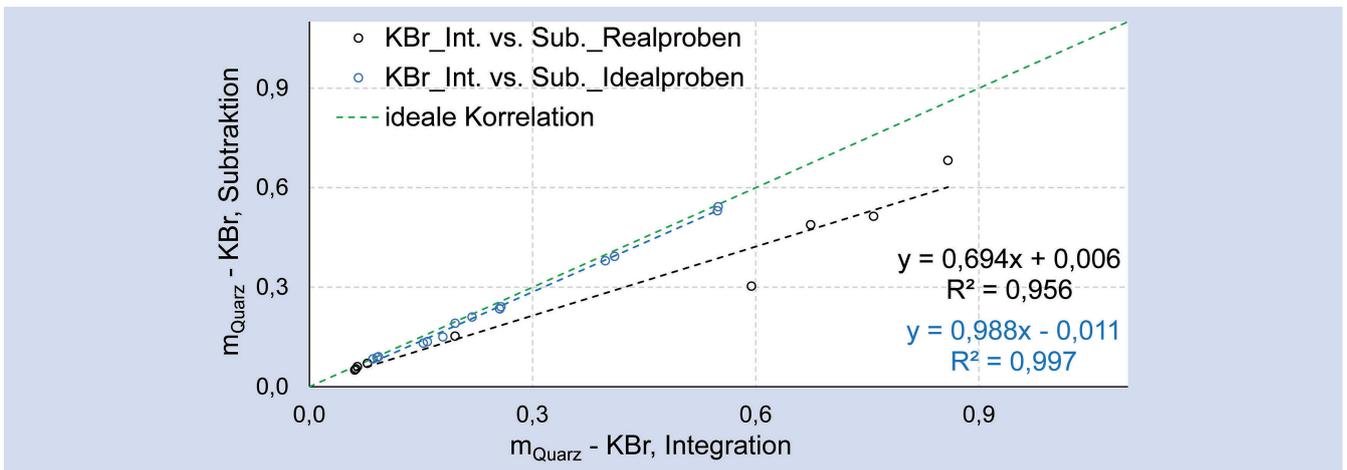
Aufgrund der ungewöhnlich hohen Belegungen konnten bei einigen Proben Abplatzungen des Staubes beobachtet werden. Diese Abplatzungen können durch verschiedene Faktoren bei der Handhabung der Filterkassetten verursacht werden – zum Beispiel Erschütterungen beim Schließen der Filterkassetten und während des Probentransportes ins Labor – und lassen sich zum Teil nicht vermeiden. Eine DoF-Analyse ist für diese Proben immer dann nicht mehr umsetzbar, wenn die Abplatzungen großflächig vorliegen oder die Ringabscheidung selbst betroffen ist. Die Abplatzungen konnten ab einer Belegung von etwa 5,5 mg alveolengängigem Staub beobachtet werden. Ab 15 mg ist eine DoF-Analyse nicht mehr sinnvoll möglich, da nicht klar ist, wie sich die Ringabscheidung verändert und damit auch die Quantifizierung beeinflusst wird.

Die Realproben wurden sowohl mittels DoF-Analyse als auch mit dem KBr-Presslingverfahren untersucht. Bei der Auswertung der Spektren wurden das Integrations- und Subtraktionsverfahren angewendet und die erhaltenen Ergebnisse einander gegenübergestellt. Als Referenzspektren für das Subtraktionsverfahren wurden vier Proben ausgewählt, die im Staubkanal mit reinem Quarz beaufschlagt und für die Kalibrierung verwendet wurden. Um eine vollumfängliche Gegenüberstellung der verschiedenen Auswerteverfahren bezogen auf die Anwendung bei Real- und Idealproben zu ermöglichen, wurde das Subtraktionsverfahren für die DoF-Methode ebenfalls für die Idealproben angewendet. Hierbei wurden nur die Proben ausgewertet, die nicht den Referenzspektren entsprachen.

In **Bild 14** sind die ermittelten Quarzmassen unter Anwendung des Integrations- und Subtraktionsverfahrens für die DoF-Methode gegeneinander aufgetragen. Die ermittelten Quarzmassen für die Ideal- (blau) und Realproben (schwarz) ergeben jeweils eine annähernd ideale Korrelation (grün), wobei die Einzelwerte der Realproben stärker um die ideale Regression streuen.



**Bild 14.** Auftragung der Quarzmassen aus der Auswertung mittels Integration und Subtraktion bei der DoF-Methode (blau=Idealproben, schwarz=Realproben, grün=ideale Korrelation). Grafik: Autoren



**Bild 15.** Auftragung der Quarzmassen aus der Auswertung mittels Integration und Subtraktion bei der KBr-Presslingmethode (blau=Idealproben, schwarz=Realproben, grün=ideale Korrelation). Grafik: Autoren

In **Bild 15** ist in analoger Weise die Auftragung für die KBr-Presslingmethode dargestellt. Hier wird deutlich, dass die Anwendung des Integrationsverfahrens im Vergleich zum Subtraktionsverfahren bei den Realproben (schwarz) tendenziell zu höheren Werten führt. Bei den Idealproben (blau) ist diese Tendenz nicht so signifikant ausgeprägt.

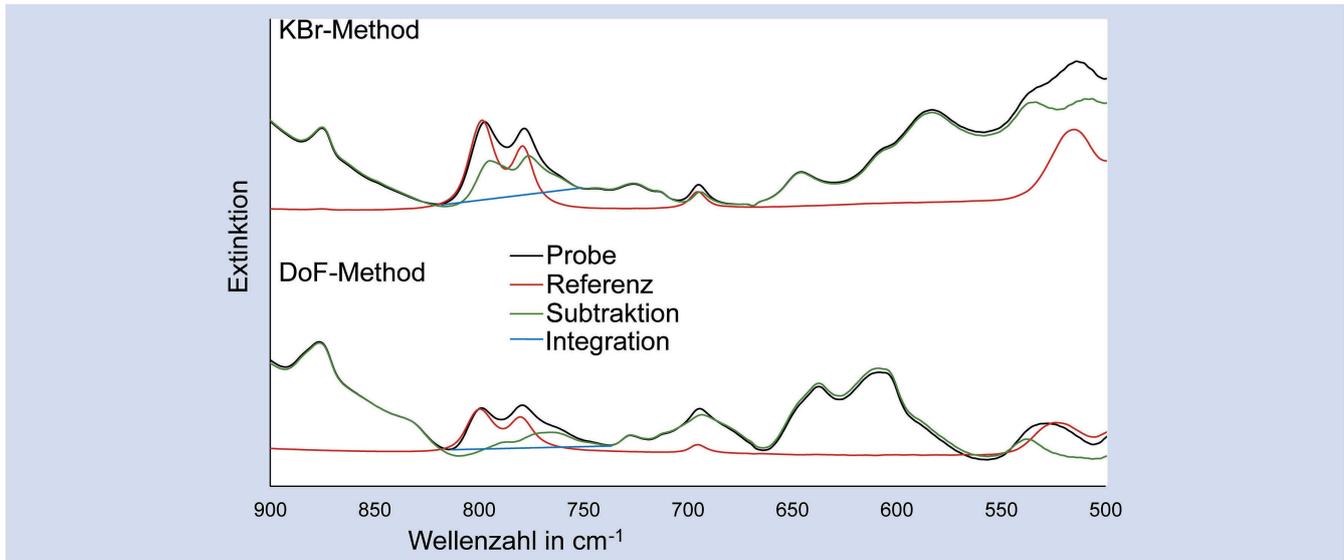
In **Bild 16** sind die Spektrenverläufe der DoF-Methode und des KBr-Presslingverfahrens einander gegenübergestellt (gestaffelte Auftragung). Im Probenspektrum (schwarz) ist zu erkennen, dass die Quarzdoppelbande durch eine Begleitkomponente in der rechten Flanke gestört wird. Bei der Integration (blaue Basislinie) der Quarzdoppelbande wird dadurch ein deutlich höheres Ergebnis ermittelt, da hier die Querempfindlichkeit nicht adäquat berücksichtigt werden kann. Es kann also davon ausgegangen werden, dass es bei der Anwendung des Integrationsverfahrens bei den Realproben zu einer Überwertung gekommen ist. Eine Auswertung mittels Subtraktionsverfahren liefert in diesem Fall die zuverlässigeren Werte. Dieser Effekt konnte bei der DoF-Methode für die Realproben nicht beobachtet werden (**Bild 14**).

In den **Bildern 17** und **18** sind die Ergebnisse der Direct-on-Filter-Analyse und der KBr-Presslingmethode des jeweiligen Aus-

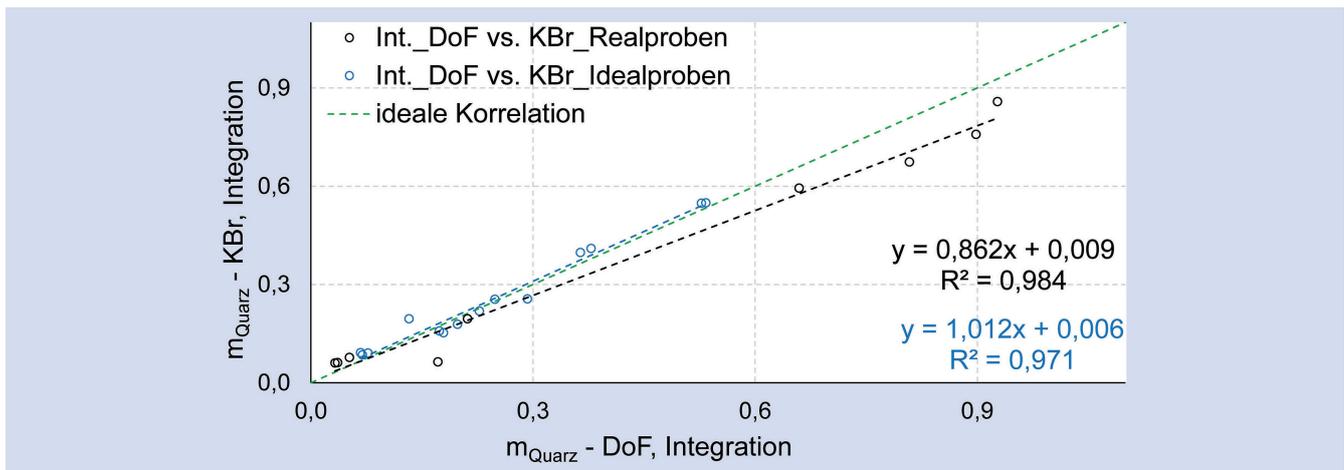
werteverfahrens einander gegenübergestellt. Bei der Anwendung der Integrationsmethode (**Bild 17**) wurden bei den Realproben (schwarz) mithilfe der Direct-on-Filter-Analyse etwas höhere Quarzmassen ermittelt. Die Auftragung der Idealproben (blau) entspricht hier ebenfalls fast dem Idealverlauf (grün). Deutlich stärker sind diese Tendenzen bei der Anwendung des Subtraktionsverfahrens ausgeprägt (**Bild 18**).

Sowohl die DoF-Methode als auch das KBr-Presslingverfahren liefern bei Idealproben bei der Anwendung der verschiedenen Auswerteverfahren sehr gut übereinstimmende Ergebnisse. Sobald eine Begleitkomponente die Quarzdoppelbande beeinflusst, kann es zu unterschiedlich stark ausgeprägten Abweichungen kommen. Die bisher beobachteten Unterschiede bei der Analyse der Realprobe lassen derzeit nur erste Rückschlüsse bezogen auf das verwendete Material zu. Eine allgemeingültige Empfehlung zur Auswertung realer Proben bedarf weiterer Untersuchungen unterschiedlicher Materialien.

Aus den dargestellten Spektren und Auftragungen wird deutlich, dass das herangezogene Auswerteverfahren einen relevanten Einfluss auf das ermittelte Quarzergebnis hat. Um valide Ergebnisse zu erzielen, ist eine fachkundige Bewertung des Spektrums und der erzielten Ergebnisse zwingend erforderlich.



**Bild 16.** Spektren der Realprobe (schwarz) aus der Analyse mittels DoF- und KBr-Presslingmethode (gestaffelte Darstellung). Ergänzt sind der Basislinienverlauf der Integration (blau) und das Subtraktionsspektrum (grün) zusammen mit dem herangezogenen Referenzspektrum (rot) eingezeichnet. Grafik: Autoren



**Bild 17.** Auftragung der Quarzmassen aus der Auswertung mittels Integration bei der DoF- und KBr-Presslingmethode (blau=Idealproben, schwarz=Realproben, grün=ideale Korrelation). Grafik: Autoren

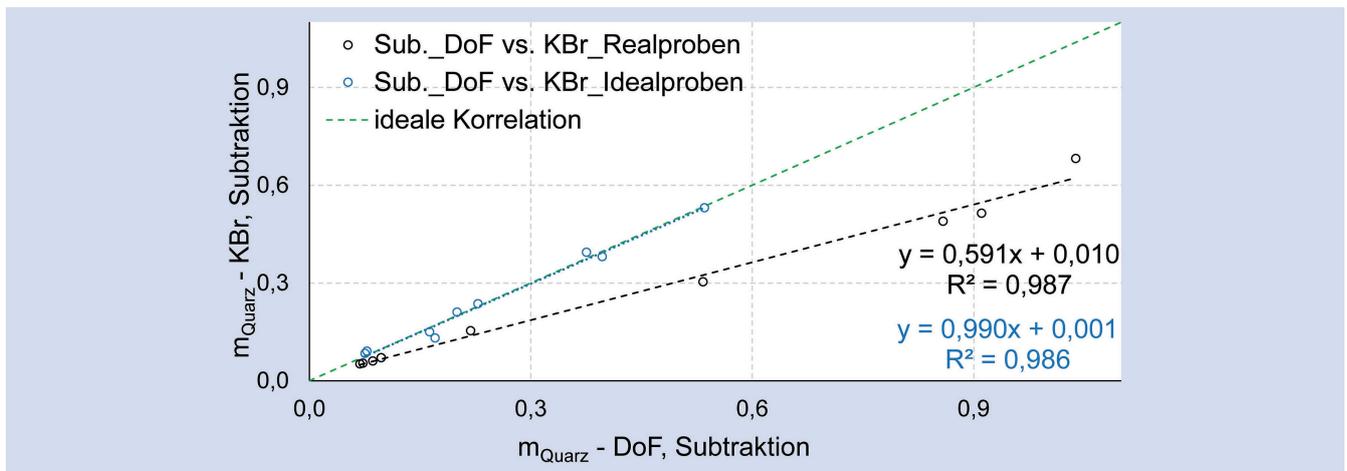
### 3 Fazit

Die Anwendung der DoF-Methode konnte erfolgreich für die FSP-10-Probenahme umgesetzt werden. Bei den untersuchten Filtermaterialien hat sich das PVC-Filtermaterial als geeignet herausgestellt. Es ist jedoch zu beachten, dass verschiedene Leerfilter mit unterschiedlichen Filtergewichten vorzuhalten sind, um eine geeignete Hintergrundkorrektur durchführen zu können. Die Masse des Leerfilters sollte sich hierbei nicht um mehr als 0,5 mg von der Leermasse des beaufschlagten Filter unterscheiden.

Für die Umsetzung der DoF-Methode muss ein geeigneter Aufbau für die infrarotspektroskopische Analyse vorhanden sein, die eine Verschiebung des Filters in verschiedene Achsenrichtungen ermöglicht. Der bisher genutzte Aufbau muss an

verschiedenen Stellen optimiert werden. Zum einen sollten der Spielraum in der Halterung selbst reduziert und zusätzlich eine Kerbe eingebracht werden, um den Filter besser mit einer Pinzette handhaben zu können. Zum anderen kann die Einstellung der Positionen über die Justierschrauben optimiert werden. Neben der Nutzung eines Grob- und Feintriebes, ist auch der Einsatz motorbetriebener Justierschrauben denkbar. Die Verwendung eines Schiebeschlittens ist eine weitere Variante, um schnell zwischen verschiedenen Positionen wechseln zu können.

Die Auswirkung der Ringabscheidung bei der FSP-10-Probenahme auf die DoF-Analyse wurde ebenfalls betrachtet. Es konnte belegt werden, dass die Position der Ringabscheidung von Probenahme zu Probenahme variieren kann. Auch die Inhomogenität



**Bild 18.** Auftragung der Quarzmassen aus der Auswertung mittels Subtraktion bei der DoF- und KBr-Presslingmethode (blau = Idealproben, schwarz = Realproben, grün = ideale Korrelation). Grafik: Autoren

der Ringabscheidung selbst konnte dargestellt werden. Um diesen Aspekt weiter zu beleuchten, müssen noch weitere Versuche durchgeführt werden, bei denen die Ausrichtung der Kapsel im Probenahmekopf und auch die Variabilität verschiedener Probenahmeköpfe einander gegenübergestellt werden. Ziel ist es, dass durch die Kenntnis dieser Einflüsse eine präzisere und konsistentere Ergebnisermittlung möglich ist.

Es konnte gezeigt werden, dass eine Kalibrierung der DoF-Methode auch für die FSP-10-Probenahme möglich ist. Um dieses Verfahren zukünftig in der Praxis zu etablieren, müssen noch weitere Filter unter definierten Bedingungen belegt werden, um den gesamten Arbeitsbereich abbilden zu können. Gegebenenfalls muss hierbei eine Unterteilung in mehrere Kalibrierbereiche erfolgen. Die vollständige Validierung dieses Verfahrens steht noch aus.

Bei der Analyse der Realproben konnte der Einfluss von Störkomponenten auf die Auswerteverfahren verdeutlicht werden. Über das Integrationsverfahren wurden signifikant höhere Quarzmassen ermittelt, die durch die Störung der Quarzdoppelbande verursacht wurden. Die Auswertung erfordert demnach eine fachkundige Bewertung durch Analytinnen und Analytisten. Die Nutzung einer produktspezifischen Datenbank kann die Auswertung deutlich vereinfachen. Diese kann jedoch nur in Arbeitsbereichen angewendet werden, in denen mit definierten Materialien gearbeitet wird (zum Beispiel Teststand in Feuchtwangen). Ebenfalls denkbar ist der Aufbau eines neuronalen Netzes, das die Spektreninterpretation und Quantifizierung übernehmen kann. Die fachkundige Bewertung der daraus erhaltenen Ergebnisse muss dennoch durch Analytinnen und Analytisten vorgenommen werden.

Die ersten Resultate dieses Projekts zeigen jedoch, dass zu erwarten ist, dass zumindest orientierende Ergebnisse zu Quarzkonzentrationen mit mobilen FTIR-Geräten vor Ort erzielt werden können. In Betrieben kann diese DoF-Methode Bewertungen und Entscheidungen deutlich beschleunigen. Die kurzfristig verfügbaren Ergebnisse mit eingeschränkter Präzision können im Anschluss durch nachfolgende „klassische“ Analyse der Proben im Labor um die validen Resultate ergänzt werden.

#### Literatur

- [1] M. Mattenklott, M. Steinhausen, N. von Hahn, M. Arnone, S. Auras, D. Fendler et al.: Exposure to Quartz at the Workplace – Occupational exposure to quartz (crystalline silicon dioxide) in respirable dust fractions. Ed. German Social Accident Insurance (DGUV), Sankt Augustin 2023.
- [2] P. Stacey, M. Mecchia, S. Verpaele, C. Pretorius, R. Key-Schwartz, M. Mattenklott et al.: Differences between samplers for respirable dust and the analysis of quartz – an international study, 2013. In: Silica and Associated Respirable Mineral Particles, STP 1565, ed. by Harper M, Lee T, West Conshohocken, PA: ASTM International, pp. 73-102.
- [3] DGUV Information 213-582: Verfahren zur Bestimmung von Quarz und Cristobalit. Hrsg.: Deutsche Gesetzliche Unfallversicherung (DGUV), Berlin 2020.
- [4] ISO 19087 (2018): Workplace air – Analysis of respirable crystalline silica by Fourier-Transform Infrared spectroscopy.
- [5] E.L. Ashley, E. Cauda, L.G. Chubb, D.P. Tuchman, E.N. Rubinstein: Performance Comparison of four portable FTIR Instruments for Direct-on-Filter Measurement of respirable crystalline Silica. Oxford University Press on behalf of the British Occupational Hygiene Society, 2020, <https://doi.org/10.1093/annweh/wxaa031>.
- [6] L.G. Chubb, E. Cauda: Direct-on-filter analysis for respirable crystalline silica using a portable FTIR instrument. National Institute for Occupational Safety and Health (NIOSH), 2022, Publication No. 2022-108, IC 9533, <https://doi.org/10.26616/NIOSH PUB2022108>.
- [7] E. Cauda, P. Drake, T. Lee, C. Pretorius: High-volume samplers for the assessment of respirable silica content in metal mine dust via direct-on-filter analysis, In: Proceedings of the Tenth International Mine Ventilation Congress, Sun City, South Africa, 2014.
- [8] MDHS (Methods for the Determination of Hazardous Substances) 101/2, Crystalline silica in respirable airborne dust – direct-on-filter analyses by infrared spectroscopy or X-Ray, HSE, 02/15.
- [9] DIN EN 481 (1993): Size fraction definitions for measurement of airborne particles, Workplaces atmospheres. <https://dx.doi.org/10.31030/2582934>.
- [10] R. Heibisch, H.-H. Fricke, J.-U. Hahn, M. Lahaniatis, C.-P. Maschmeier, M. Mattenklott: Probenahme und Bestimmung von Aerosolen und deren Inhaltsstoffen, Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG), In: Analytische Methoden zur Prüfung gesundheitsschädlicher Arbeitsstoffe, Band 1: Luftanalysen, Teil II Spezielle Vorbemerkungen, Abschnitt 4. Weinheim, Wiley-VCH Verlag, 2005.
- [11] H. Günzler, H.-U. Gremlich: IR-Spectroscopy an Introduction, 4th ed. Weinheim, Wiley-VCH Verlag, 2003.
- [12] M. Otto: Analytische Chemie, 5th ed. Weinheim, Wiley-VCH Verlag, 2019.
- [13] J. Heck: Der Einfluss von Störkomponenten auf die Quarzanalyse mittels FTIR-Spektroskopie. Bachelorthesis. Hochschule Bonn-Rhein-Sieg, Sankt Augustin, 2018.
- [14] Material data – SIKRON Quarz, 10/15. Quarzwerke GmbH, Frechen.



**Viola Schmidt,**

*Foto: Autorin*

**Nils Lamm,**

**Mara Maßau,**

**Dr. rer. nat. Markus Mattenklott,**

Institut für Arbeitsschutz der Deutschen Gesetzlichen Unfallversicherung  
(IFA), Sankt Augustin.