



**IFA**

Institut für Arbeitsschutz der  
Deutschen Gesetzlichen Unfallversicherung

# Referenzmaterial Anorganische Säuren

## RM IFA SP 01

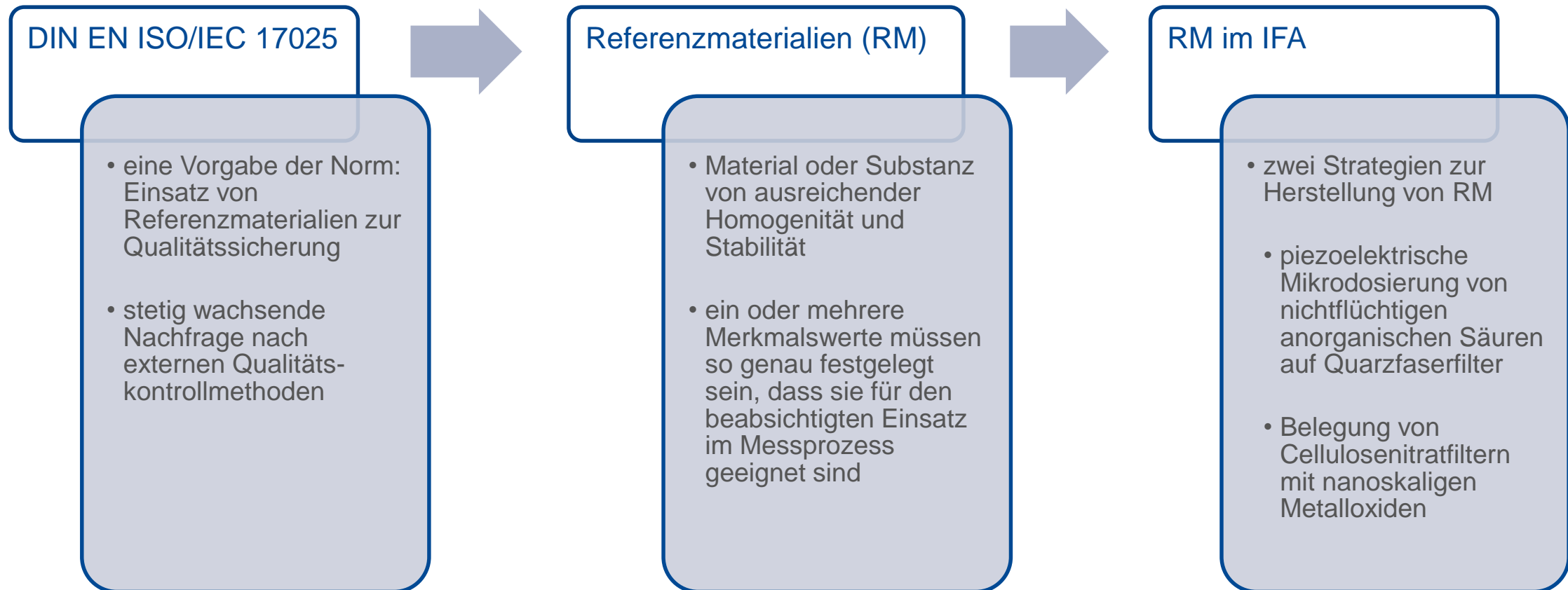
### Schwefelsäure und Phosphorsäure auf Quarzfaserfiltern



Franziska Nürnberger | Symposium „Gefahrstoffe am Arbeitsplatz“

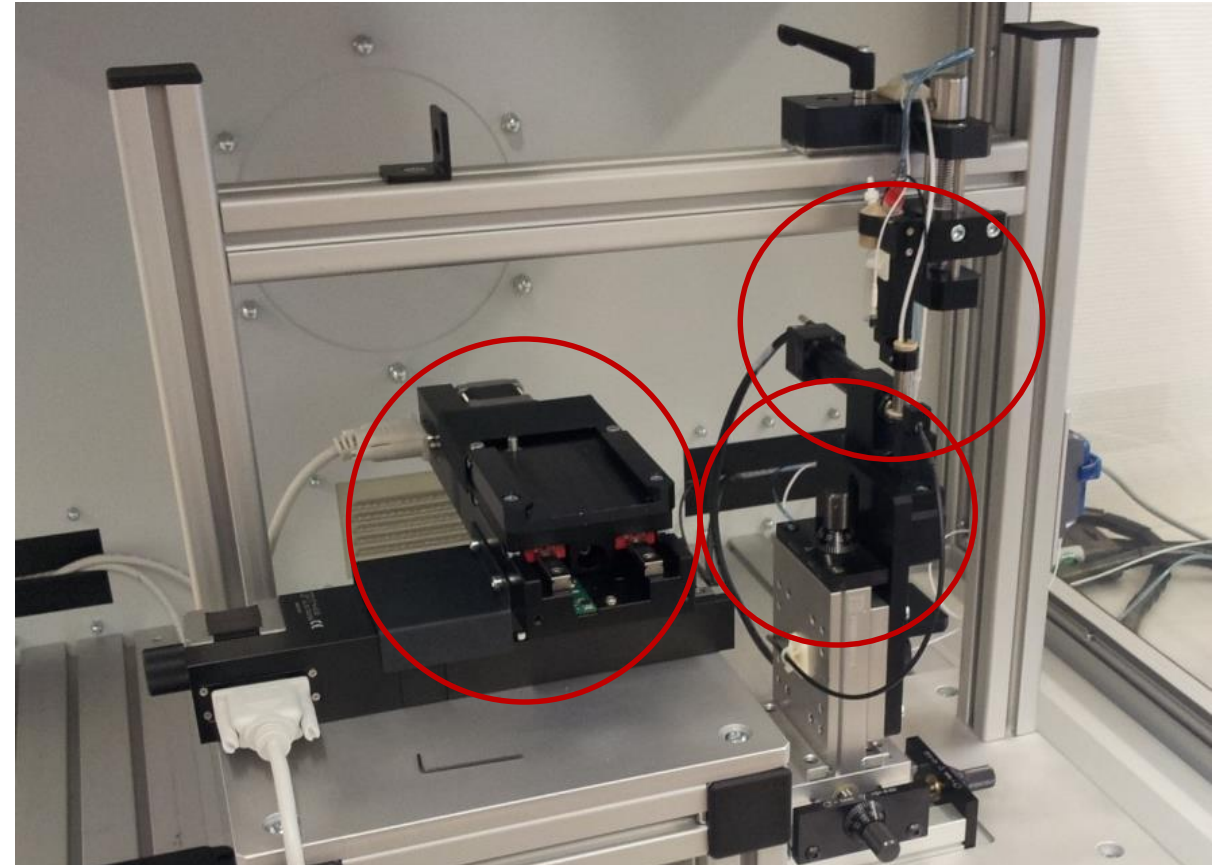
21.09.2018

# Referenzmaterialien



## Piezoelektrisches Mikrodosiersystem

- ein Spannungsimpuls auf den Piezoaktor führt zur Kontraktion des piezoelektrischen Materials
- durch die entstehende Druckwelle wird die Flüssigkeit in der Kapillare stark beschleunigt
- Kontrolle der Tropfenentstehung über Stroboskopdiode und Kamera
- Tropfen mit einem Volumen von ca. 150 pL werden erzeugt
- kontaktlose Dosierung



## Filterbelegung

- halbautomatische Bestückungseinheit
- spiralförmige Verteilung der Dosierlösung auf dem Filter
- Einhausung um äußere Einflüsse zu minimieren
- Anpassung der Tropfenanzahl an das tagesaktuelle Tropfenvolumen



## Probenherstellung RM IFA SP 01

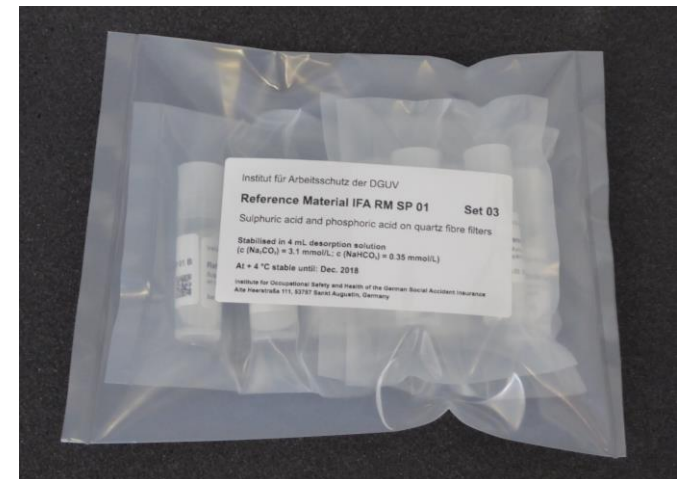
- Auswahl der Konzentrationen orientiert sich an den aktuellen Arbeitsplatzgrenzwerten
- 2 Konzentrationen (A und B)
- je Konzentration wurden 500 Filter belegt
- optische Tropfenkontrolle nach jedem 10. Filter
- Trockenzeit: ca. 30 min
- Überführung in PP-Fläschchen und Überschichtung mit 4 mL Elutionslösung (0,0031 M Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> / 0,00035 M NaHCO<sub>3</sub>)

Dosierparameter	
Verwendete Filter	Mikroquarzfaserfilter, Munktell, MK 360, Ø 37 mm
Mikrodosiersystem	MD-E-3011-130
Dosierkopf	MD-K-130-916, Ø 50 µm
Tropfenanzahl pro Filter	ca. 60000*
Tropfenvolumen	ca. 157 pL*
Gesamttropfenvolumen	9,4 µL

\* Die Tropfengröße wurde regelmäßig gemessen. Die Tropfenanzahl wurde an das tagesaktuelle Tropfenvolumen angepasst.

## Probenset RM IFA SP 01

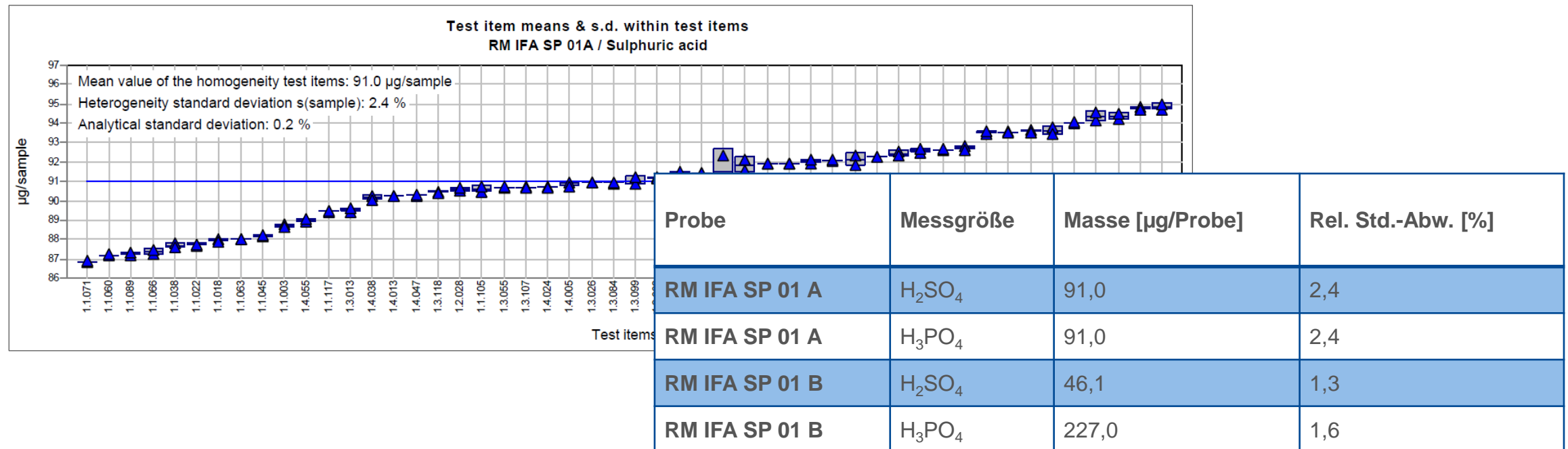
- das Referenzmaterial ist nur in Form eines Probensets verfügbar
- jedes Set besteht aus:
  - 3 Proben RM IFA SP 01 A beladen mit  $\text{H}_2\text{SO}_4$  und  $\text{H}_3\text{PO}_4$  in Konzentration A
  - 3 Proben RM IFA SP 01 B beladen mit  $\text{H}_2\text{SO}_4$  und  $\text{H}_3\text{PO}_4$  in Konzentration B
  - 2 Blindwertfiltern
- alle Filter sind stabilisiert in 4 mL Elutionslösung
- Kosten pro Set: 425 € (netto)





# Interne Qualitätskontrolle

- aus jeder Serie (A und B) wurden 50 Filter ionenchromatographisch untersucht (IFA-AM 6173)
- Auswahl als geschichtete Zufallsprobe aus jeder 10er-Serie



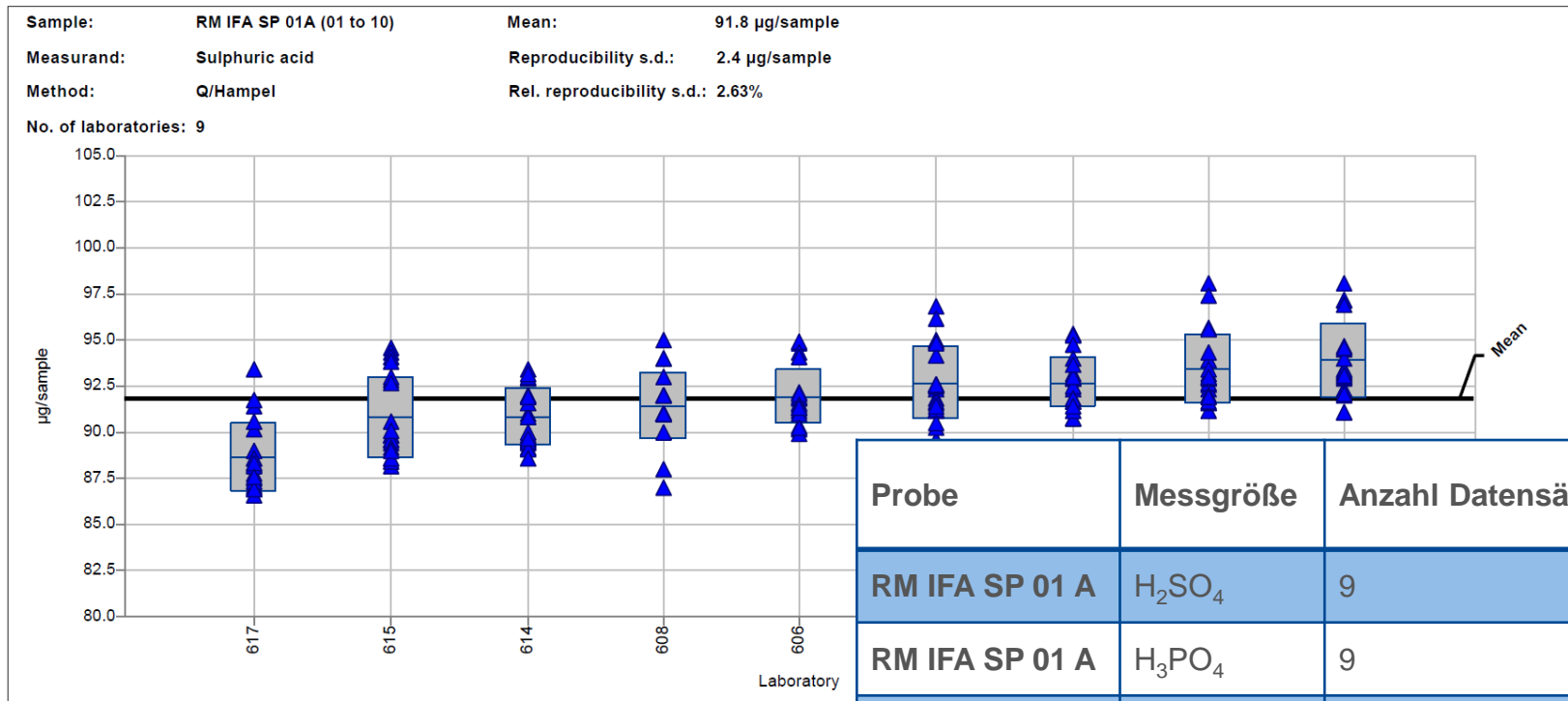
## Interlaborvergleich

- 11 nationale und internationale Laboratorien nahmen teil
- untersucht wurden je 10 Filter von RM IFA SP 01 A und B, ein Vergleichsstandard und drei Blindwertfilter
- es konnten 9 Datensätze verwendet werden  
→ Ausreißer, Abweichungen beim Kontrollstandard
- Ergebnisse passen sehr gut zu den internen QS-Proben  
→ Abweichungen < 2 %

Teilnehmende Laboratorien	
AUVA	INRS
BASF SE	IRSST
BGN	Müller-BBM GmbH
BG RCI	Pro Chem GmbH
Currenta GmbH & Co. OHG	Suva
HSL	



# Interlaborvergleich



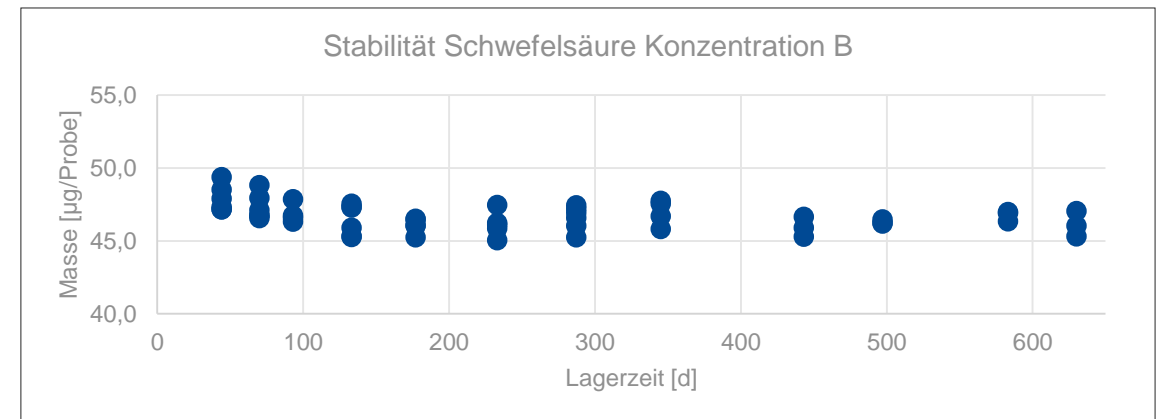
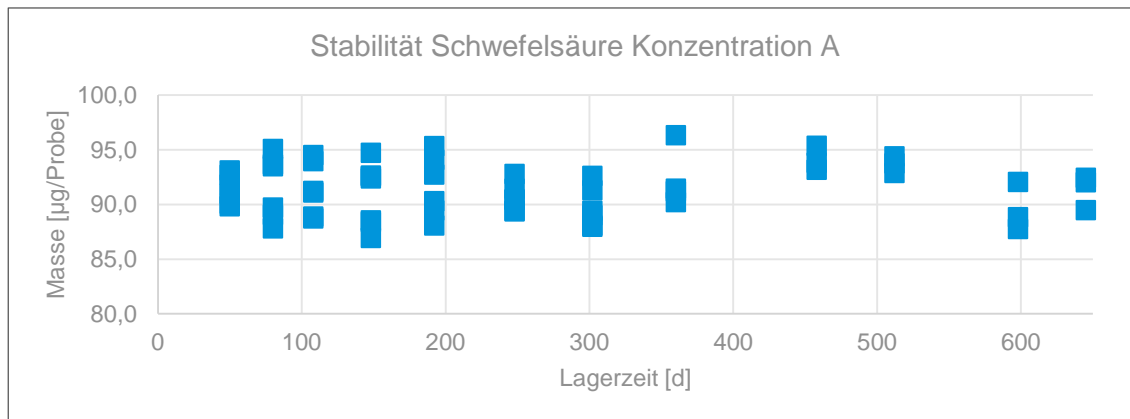
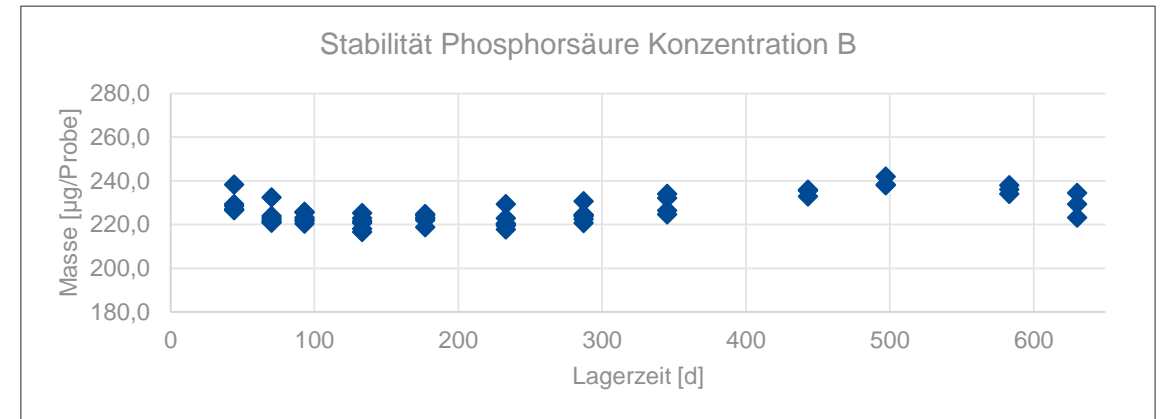
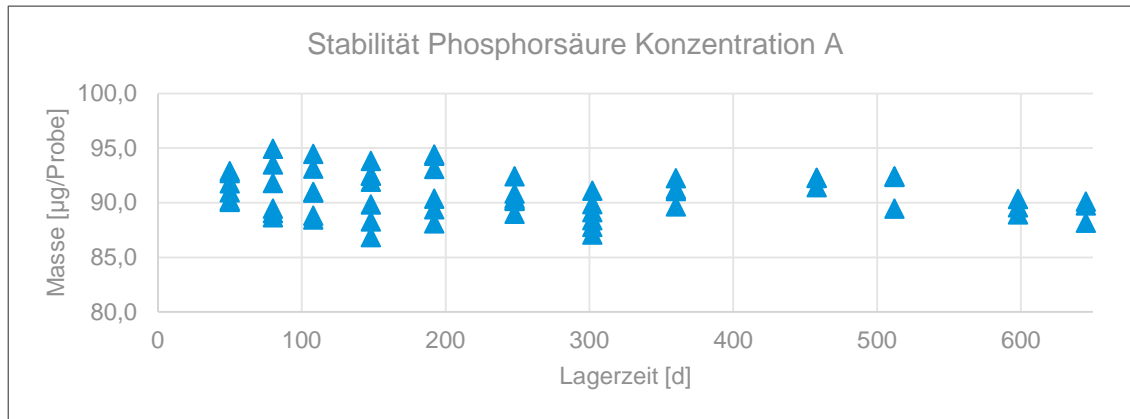
## Stabilitätsuntersuchung

- Lagerbedingungen: im Originalgefäß bei 4 °C, Versand ist bei Raumtemperatur möglich
- Lagerversuche mit Proben aus 2015 und den Referenzmaterialproben
- RM-Proben: Messung in den ersten 6 Monaten alle 4 Wochen, danach alle 8 Wochen, nach einem Jahr einmal im Quartal
- Stabilitätstests nach:
  - ISO 13528: Mittelwert der Homogenitätsuntersuchung wird mit dem Mittelwert der Stabilitätsuntersuchung verglichen
  - ISO Guide 35: Prüfung der Signifikanz des Unterschiedes zwischen der Steigung der Ausgleichsgeraden und einer Steigung von Null

## Stabilitätsuntersuchung

- Untersuchung der Proben aus 2015:
  - Stabilität ist auch nach über 2 Jahren noch gegeben
  - nach ca. 2,5 Jahren ist das Abfiltrieren der mind. 3,2 mL nicht mehr bei allen Proben möglich
  - maximale Haltbarkeit der RM-Proben auf 24 Monate festgelegt
- Untersuchung der RM-Proben:
  - erfolgt fortlaufend
  - Proben zeigen bisher keine Auffälligkeiten

# Stabilitätsuntersuchung Referenzmaterialproben



## Ausblick

- das Referenzmaterial RM IFA SP 01 kann nur noch bis Dezember 2018 verkauft werden
- zukünftig soll auch ein Referenzmaterial für Metalloxide auf Filtern angeboten werden
  - die Belegung erfolgt in Zusammenarbeit mit dem IGF und dem IPA
  - die Proben wurden bereits als Ringversuchsproben eingesetzt
  - aktuell wird daran gearbeitet, eine gleichmäßige Belegung über mehrere Tage hinweg zu gewährleisten
- auch weitere RM, hergestellt mit dem Mikrodosierer oder an der dynamischen Prüfgasstrecke, sind vorstellbar

## Vielen Dank für Ihre Aufmerksamkeit! Gibt es Fragen?

Dankeschön an:

- alle am Interlaborvergleich teilnehmenden Laboratorien
- Ann-Kathrin Mühlberg, Nils Lamm, Gregoria Schwab, Krista Gusbeth, Brigitte Maybaum, Yvonne Giesen und Dietmar Breuer

Weitere Informationen:

- unter: <https://www.dguv.de/ifa/fachinfos/referenzmaterialien/index.jsp>
- in unserem englischsprachigen Flyer

