

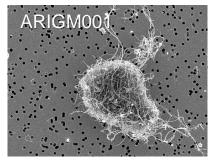
Bundesanstalt für Arbeitsschutz und Arbeitsmedizin

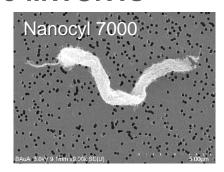
Automatisiertes Zählverfahren für nano- und mikroskalige Fasern am Arbeitsplatz

Sabine Plitzko und John Schumann

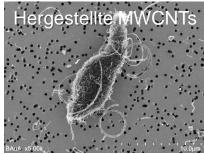
Nano- und mikroskalige Fasern am Arbeitsplatz

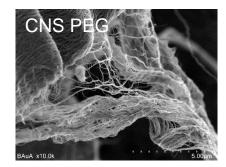
Verschiedene MWCNTs

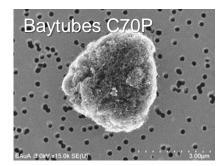




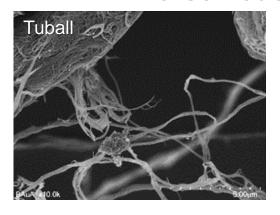


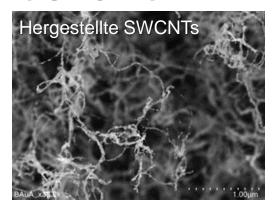




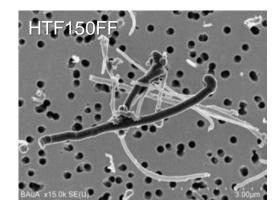


Verschiedene SWCNTs





CNFs



Nanostäbchen





Nano- und mikroskalige Fasern am Arbeitsplatz - Expositionemessungen

TRGS 527 "Hergestellte Nanomaterialien"

Bei Tätigkeiten mit biobeständigen faserförmigen Nanomaterialien, die den WHO-Faserkriterien entsprechen, sowie bei Tätigkeiten mit biobeständigen Nanofasern, für die bisher keine morphologischen Prüfungen vorliegen, wäre es erforderlich die Faserkonzentrationen zu ermitteln. Eine Faserkonzentration in der Luft am Arbeitsplatz unter 10.000 F/m³ ist anzustreben.

Aktuell befindet sich eine **veröffentlichte Methode** zur Bestimmung der Anzahlkonzentration luftgetragener faserförmiger Nanomaterialien in der Validierungsphase. Auskunft über den Sachstand geben BAuA und IFA

Messung nano- und mikroskaliger faserförmiger Materialien an Arbeitsplätzen (Teil 1)

S. Plitzko, A. Meyer-Plath, N. Dziurowitz, B. Simonow, P. Steinle, M. Mattenklott

Messung nano- und mikroskaliger faserförmiger Materialien an Arbeitsplätzen – Teil 2

S. Plitzko, A. Meyer-Plath, N. Dziurowitz, B. Simonow, P. Steinle, M. Mattenklott



Überprüfung eines neuen Mess- und Analyseverfahrens für nano- und mikroskalige Fasern am Arbeitsplatz

Tätigkeiten bei denen die Expositionsmessungen durchgeführt wurden:

- Herstellung von CNT-Materialien (MWCNT und SWCNT)
 - Festbett-gestützte CVD
 - Aerosol-gestützte CVD
- Handling von trockenen CNT-Pulvern
 - Wiegen von Pulvern
 - Mischen von Pulvern
- Herstellung von wässrigen Dispersionen mit MWCNT
 - Dispergieren am Dreiwalzwerk
 - Dispergieren mit Ultraschall
- Extrudieren von CNT-haltigen Pulvern
- Herstellung von CNT-haltigen Halbzeugen
 - Ausstreichen einer CNT-haltigen Suspension auf Spezialpapier
 - Sprühprozess von CNT-haltiger Suspension
 - Mechanische Bearbeitung von CNT-haltigen Kompositen
- Charakterisierung von CNT-Materialien/-Halbzeugen (u.a. Qualitätskontrolle)







Herstellung von CNT-haltigen Halbzeugen

Mechanische Bearbeitung von CNT/CNF-haltigen Kompositen





Anwendung als thermale Schnittstelle für modulare Satelliten (Labormaßstab)

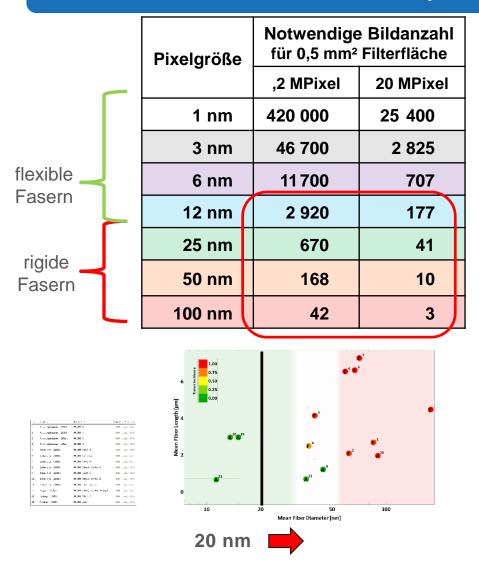


Die wichtigsten Unterschiede zur DIN 3492 bzw. DGUV Information 213-546

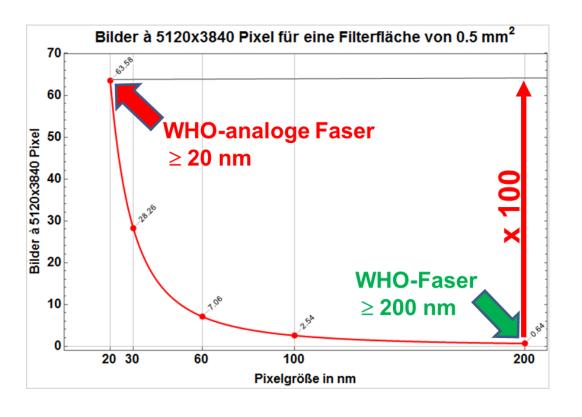
- Berücksichtig werden Fasern mit 20 nm < D < 3 μm.</p>
- ➤ Das **spezifische Luftvolumen** muss unter Beachtung der am Arbeitsplatz vor-herrschenden Staubkonzentrationen und des resultierenden Auswerteaufwands so gewählt werden, dass die analytische **Nachweisgrenze 10.000 WHO-Fasern/m³** erreicht werden kann.
- An Stelle der Angabe zur Vergrößerung werden Fragen der Erkennbarkeit von Strukturen mit dem Begriff **REM Pixelgröße** angegeben.
- ➤ Visuelle Auswertungen erfolgen nicht direkt am REM sondern aufgrund der hohen Anzahl auszuwertender Bilder, offline (digitalisierte Bilder).
 - + Kurze Prozessdauer oder bei zu erwartender hoher Filterbelegung → weit über 700 auszuwertende Bilder
- Aufgrund der offline Auswertung ist ein nochmaliges Einschleusen der Probe für eine EDX Analyse im REM oder im Raman Mikroskop und damit eine Wiederfindung einzelner Fasern notwendig und damit Voraussetzung für das neue Mess-und Analyseverfahren.



Höherer Analyseaufwand aufgrund höherer Auflösung



Für eine 10x höhere Auflösung müssen 100x mehr Bildpunkte im REM aufgenommen werden!



Software für die Offline-Analyse von REM-Bildern ist zwingend erforderlich!!



Automatisierte Bildaufnahme am REM

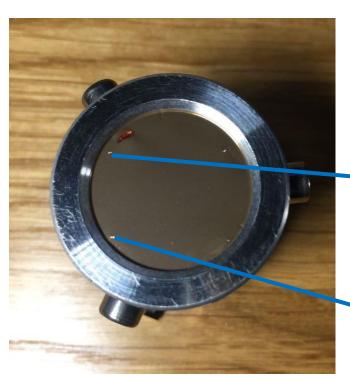
Punktinformationen

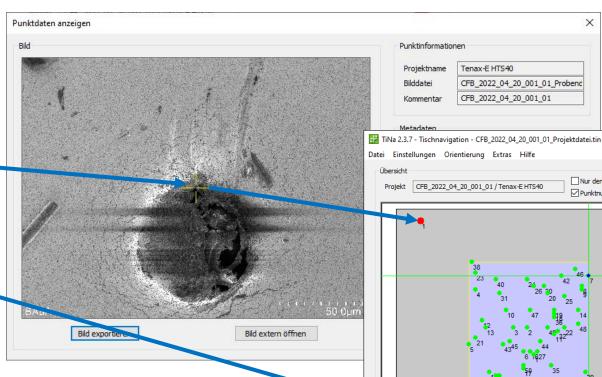
Tenax-E HTS40

CFB_2022_04_20_001_01_Probend

CFB_2022_04_20_001_01

Projektname

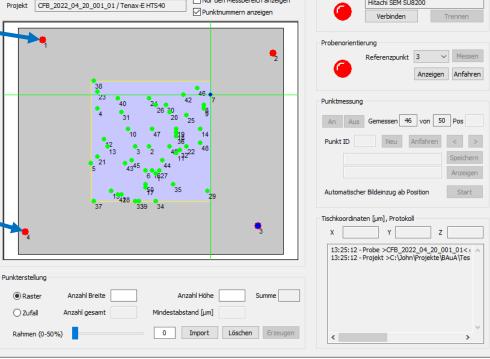




Eigenentwicklung Software TiNa

Steuerung

Orientierung der Probe Zufällige Positionen Ein Bild für jede Position

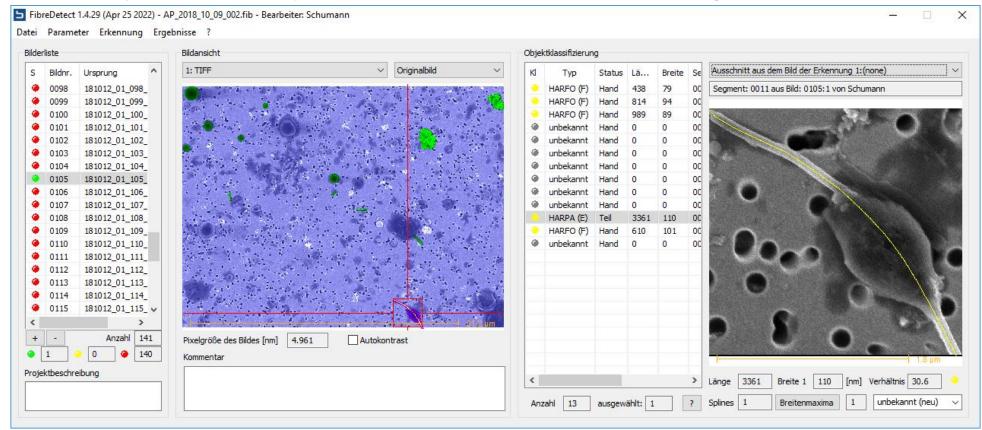




Softwaregestützte Auswertung der REM-Aufnahmen

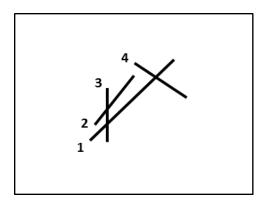
Software "FibreDetect"

- Manuelle und/oder automatisch Erkennung von Objekten
- Objektklassifizierung und Größenvermessung
- Export von Objekten und Objektpositionen zur erneuten Messung

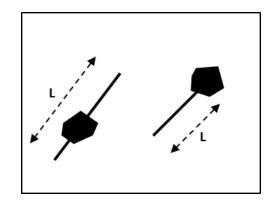




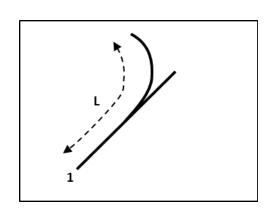
Zählregeln für die Bestimmung von Faseranzahlkonzentrationen



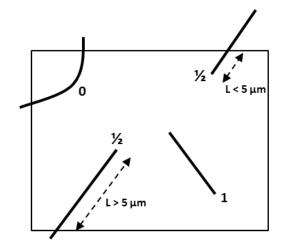
Sich überschneidende Fasern werden einzeln gezählt



Für die Bestimmung der Faserlänge werden anhängende Partikel (z.B. Katalysatoren oder Verunreinigungen) ignoriert.



Sich aufspleißende Fasern werden als eine Faser gezählt

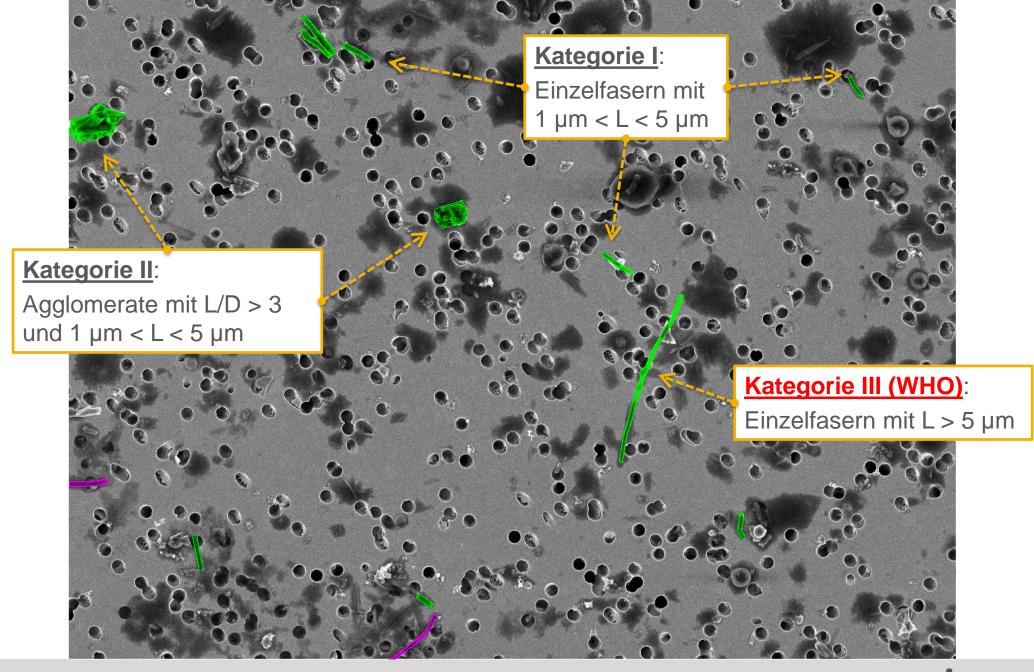


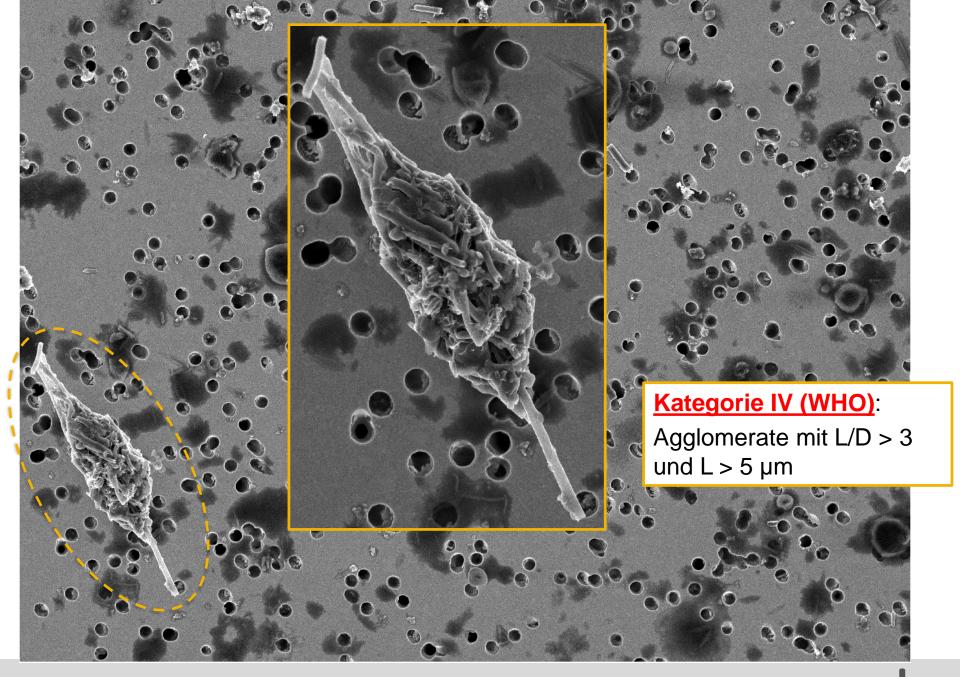
Fasern, die mit einem Ende außerhalb des Zählfeldes liegen, werden als ½ Faser gezählt

Faserförmige Objekte: Bestimmung des mittleren Durchmessers und Länge Sphärische Objekte: Bestimmung der projizierten Fläche (Feret-Durchmesser)



10





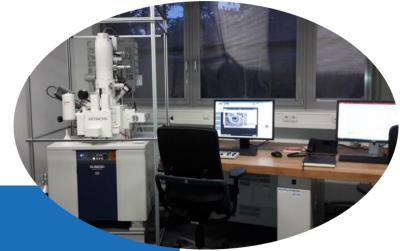
Ergebnisse der durchgeführten Arbeitsplatzmessungen

	Messungen	Messungen < 10.000 F/m³	WHO Objekte F ; A	Faseranzahl- konzentration [F/m³]	Obergrenze eines 95%-Vertr.bereichs [F/m³]	Material	Tätigkeit
Messungen insgesamt	99	91	8 Messungen > 10.000 F/m ³				
Personenbezogen	17	14	4;1 1,5;2,5 0;1	16.620 13.351 3.315	38.786 34.185 18.468	HTF150FF VantaBlack CNS PEG	Sägen Verbundstangen Einwaage Wiegen/Mischen
Nahfeld (außerhalb von techn. Schutzmaßnahmen)	19	17	5 ; 0,5 0 ; 2	18.234 6.665	41.002 24.077	HTF150FF CNS PEG	Sägen Verbundstangen Wiegen/Mischen
Fernfeld (4-5 m entfernt)	15	14	2,5; 1,5	13.308	34.073	HTF150FF	Sägen Verbundstangen
Hintergrund (vor dem Prozess)	32	32	0	-	-		
Außenluftmessungen Freimessung	7 1	7 1	0 0	- -	- -		
Messungen in techn. Schutzmaßnahmen	8	6	9 ; 1 1 ; 3,5	33.408 15.010	61.439 36.557	HTF150FF Tuball	Mischen Glovebox Einwaage Abzug



Softwaregestützte Auswertung der REM-Aufnahmen - Fazit

- → Automatische Erkennung und Auszählung faserförmiger Objekte → Faseranzahlkonzentration
 - → Zeitersparnis durch TiNa
 - → Qualitätssicherung (keine subjektive Fehleinschätzung)
- → Testversion kann für Forschungszwecke zeitlich befristet zur Verfügung gestellt werden



Vielen Dank für Ihre Aufmerksamkeit!



14