

Projektstudie: Vergleich von Aufschlussverfahren für die Bestimmung des Gesamtmetallgehaltes in Staubproben – Teil 1: Machbarkeitsstudie im IFA

K. Pitzke, D. Breuer, C. Hagemann, T. Schwank, C. Stolzenberg

Zusammenfassung Zur Bestimmung des Gesamtmetallgehaltes in Stäuben aus Arbeitsbereichen wird der in der Luft befindliche metallhaltige Staub auf Filtern gesammelt. Die im abgeschiedenen Staub enthaltenen Metalle können anschließend aufgeschlossen und quantitativ analysiert werden. Für die Bestimmung des Gesamtmetallgehaltes in Staubproben sind in der Literatur zahlreiche verschiedene Aufschlussverfahren unter Einsatz von Säuremischungen beschrieben. Ziel dieser Studie war es, die im Arbeitsschutz als Konventionsverfahren verwendete Aufschlussmethode mit einem Salpetersäure-Salzsäure-Gemisch an den heutigen Stand der Technik anzupassen und zu überarbeiten. Für Stäube aus verschiedenen Arbeitsbereichen wurde im Institut für Arbeitsschutz der Deutschen Gesetzlichen Unfallversicherung (IFA) ein Mikrowellen-Druckaufschlussverfahren entwickelt und geprüft. Bei der neuen Methode wird der Staub mit 10 ml konzentrierter Salpetersäure bei 60 bar (max. 240 °C) im Mikrowellenofen für 45 Minuten aufgeschlossen. Die Methode liefert gut vergleichbare Ergebnisse zum bisherigen Konventionsverfahren.

Project study: Comparison of digestion methods to determine the total metal content in dust samples – Part 1: Feasibility study at IFA

Abstract To determine the total metal content in dusts from work areas, airborne dust containing metal is collected on filters. The metals contained in the separated dust can then be digested and quantitatively analysed. For determination of the total metal content in dust samples, many different digestion methods using acid mixtures are described in the literature. The goal of this study was to bring the digestion method using a nitric/hydrochloric acid mixture (the conventional method in occupational safety and health) into line with today's state of the art and revise it. To process dusts from different work areas, a high-pressure microwave-assisted digestion method was developed and tested at the Institute for Occupational Safety and Health of the German Social Accident Insurance (IFA). Using this new method, the dust is digested with 10 ml of concentrated nitric acid at 60 bar (max. 240 °C) for 45 minutes in the microwave oven. The method yields results that compare well to those obtained with the existing conventional method.

1 Einleitung

Für zahlreiche Metalle gibt es arbeitsmedizinisch-toxikologisch abgeleitete Grenzwerte [1; 2]. Bei der Beurteilung von Arbeitsplätzen, an denen Metalle oder metallhaltige Stäube auftreten können, kommt daher der Messung des Metallgehaltes eine grundlegende Bedeutung zu. Da die Metalle,

von wenigen Ausnahmen abgesehen, im partikulären Anteil vorkommen, ist das Standardverfahren die Sammlung von Staub und Partikeln auf geeigneten Filtern. Die im abgeschiedenen Staub enthaltenen Metalle können anschließend aufgeschlossen und quantitativ analysiert werden.

Zur Bestimmung des Gesamtmetallgehaltes in Staubproben sind in der Literatur zahlreiche verschiedene Aufschlussverfahren beschrieben. Die Gemeinsamkeit aller Verfahren ist der Einsatz von Säuren oder Säuremischungen, um die Metalle in Lösung zu bringen. Je nach Zusammensetzung der Säuregemische kann es dabei durchaus zu einer größeren Streuung der Ergebnisse kommen. Anfang der 1990er-Jahre gab es mehrere Ringversuche zur Vergleichbarkeit der Ergebnisse von Aufschlussverfahren – mit der Zielsetzung, ein geeignetes Aufschlussverfahren für metallhaltige Stäube aus Arbeitsbereichen zu erarbeiten. Daraufhin wurden zur Bestimmung des Gesamtmetallgehaltes Konventionsverfahren veröffentlicht, die bis heute in allen Messstellen, die im Arbeitsschutz aktiv sind, eingesetzt werden. Die zurzeit empfohlenen Verfahren sind in der IFA-Arbeitsmappe, Kennzahl 6015 [3], und der MAK-Collection „Air Monitoring Methods“ [4; 5] beschrieben.

Anfang der 1990er-Jahre waren offene Aufschlussverfahren Stand der Technik. Mittlerweile haben sich mikrowellenunterstützte Druckaufschlussverfahren als Technik für metallhaltige Stäube etabliert. Die maßgeblichen Vorteile dieser Verfahren sind verkürzte Aufschlusszeiten, höhere Reproduzierbarkeit sowie eine Reduktion von Querkontaminationen und Interferenzen in der Analytik. Insbesondere die letzten beiden Punkte sind im Hinblick auf die erhöhten Anforderungen an Bestimmungsgrenzen, Präzision und Richtigkeit der Analysen zahlreicher Metalle und ihrer Verbindungen bei stetig sinkenden Grenzwerten von hoher Relevanz.

Dieser Entwicklung soll auch bei den empfohlenen Verfahren Rechnung getragen werden. Dafür sind umfangreiche Untersuchungen notwendig. Zielsetzung der vorliegenden Untersuchung war es, ein Verfahren mit Mikrowellen-druckaufschluss zu erarbeiten, das gleichberechtigt neben dem etablierten offenen Aufschluss als empfohlenes Verfahren bei der Untersuchung von Staubproben an Arbeitsplätzen eingesetzt werden kann.

Bei der Erarbeitung des Verfahrens wurde eine mehrstufige Vorgehensweise gewählt:

- Da die Metalle und Metallverbindungen in der Luft an Arbeitsplätzen Metall verarbeitender Betriebe in großer Variabilität auftreten, wurden zunächst Stäube aus unterschiedlichen Arbeitsbereichen, z. B. aus den dort eingesetzten Staubabscheidern, untersucht. Die Stäube mussten in den meisten Fällen aufwendig vorbereitet werden. Sie waren z. B. zu homogenisieren oder in ihrer Partikelgröße auf Stäube, die an Arbeitsplätzen auftreten, anzupassen.

Dipl.-Chem. Katrin Pitzke, Prof. Dr. rer. nat. Dietmar Breuer, Staatl. gepr. Lebensmittelchem. Cornelia Hagemann, Tobias Schwank, M.Sc., Cedric Stolzenberg, M.Sc.,
Institut für Arbeitsschutz der Deutschen Gesetzlichen Unfallversicherung (IFA), Sankt Augustin.

Tabelle 1. Charakterisierung ausgewählter Stäube nach offenem Aufschluss und Auftragung als Suspension (A) und direkte Suspension in Aceton (B) mittels TRFA (N = 6, Einwaage e = 12 mg).

Element	S1		S2	S6		S8	
	A	B	A	A	B	A	B
	Massengehalt in %						
Al	16,0	15,0	< BG	2,4	1,8	2,7	1,5
K	< BG	< BG	< BG	0,30	0,28	0,61	0,52
Ca	1,6	1,6	< BG	4,0	4,2	14,9	11,8
Ti	0,41	0,34	0,050	0,71	0,76	0,60	0,48
V	< BG	< BG	1,4	0,24	0,28	< BG	< BG
Cr	0,61	0,60	3,9	0,15	0,16	0,032	0,026
Mn	0,044	0,050	0,28	0,22	0,27	0,17	0,11
Fe	26	24	76	38	45	3,1	2,5
Co	0,32	0,27	3,6	< BG	< BG	0,005	0,005
Ni	2,2	1,9	0,29	0,092	0,10	0,012	0,010
Cu	1,4	1,4	0,13	0,60	0,66	0,22	0,15
Zn	0,82	0,70	< BG	0,90	1,00	0,47	0,35
As	0,0073	0,010	< BG				
Se	< BG	0,010	< BG				
Zr	0,10	0,090	< BG	0,030	< BG	< BG	< BG
Mo	< BG	< BG	5,8	0,034	0,033	< BG	< BG
Ag	0,033	0,021	< BG				
Sn	0,33	0,23	< BG	0,24	0,23	< BG	< BG
Sb	< BG	< BG	< BG	0,028	0,030	< BG	< BG
Ba	0,94	0,97	< BG	0,33	0,42	0,18	0,12
Pr	1,7	1,6	< BG				
Nd	9,5	8,8	< BG				
W	< BG	< BG	4,1	< BG	< BG	< BG	< BG
Au	< BG	< BG	0,015	< BG	< BG	< BG	< BG
Pb	0,072	0,051	< BG	0,31	0,30	0,17	0,13

BG: Bestimmungsgrenze

• Zielsetzung der Voruntersuchungen war die Selektion geeigneter Stäube, die im Rahmen von Vergleichsuntersuchungen mit externen Laboratorien für die Validierung des neuen Aufschlussverfahrens verwendet werden können.

• Im Weiteren soll das im Vorfeld erarbeitete Aufschlussverfahren im Rahmen von zwei Ringversuchen geprüft und validiert werden.

In dieser Publikation sind die Ergebnisse zur Vorbereitung der Ringversuche zusammengestellt.

2 Aktivitäten und Methoden

2.1 Staubmaterialien

Für die Verfahrensentwicklung und zur Durchführung der Vergleichsversuche wurden zunächst geeignete Staubmaterialien benötigt. Die Materialien sollten möglichst homogen sein und über eine definierte Partikelgrößenverteilung verfügen, wie sie an Arbeitsplätzen auftreten kann. Weiterhin war von Bedeutung, dass eine hohe Bandbreite an Metallen und Metallverbindungen enthalten ist.

Die Messtechnischen Dienste des Messsystems Gefährdungsermittlung der Unfallversicherungsträger (MGU) stellten dem Institut für Arbeitsschutz der Deutschen Gesetzlichen Unfallversicherung (IFA) elf abgelagerte Staubproben zur Verfügung, die an verschiedenen Arbeitsplätzen gesammelt wurden. Um eine Vergleichbarkeit zwi-

schen den vorliegenden Grobstäuben und Stäuben aus Luftproben zu gewährleisten, wurden die Grobstäube zerkleinert und homogenisiert. Eine Partikelgröße von 100 µm (maximale Partikelgröße bei einatembaren Stäuben) durfte nicht überschritten werden. Hierzu wurden alle Stäube im IFA gemörsert und auf eine Partikelgröße ≤ 100 µm stufenweise gesiebt. Diese Stäube wurden mittels Mikroskopie, Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) und Röntgenfluoreszenzanalyse (TRFA) charakterisiert. Stäube mit geeignetem Metallgehalt wurden für die weitere Verfahrensentwicklung ausgewählt. Von den elf Stäuben erfüllten vier aus dem Bereich Elektronikschrottrecycling Schredder (S1), ein Schleifstaub von Schnellarbeitsstählen HSS¹⁾ und HSCo²⁾ (S2), ein Schleifstaub aus einem Zylinderkopf-Reinigungsprozess (S6) sowie eine Verbrennungasche aus dem Bereich Batterien/Akkumulatoren (S8) die o. g. Anforderungen gut. In **Tabelle 1** ist die Charakterisierung dieser Stäube mittels TRFA nach offenem Aufschluss in Salzsäure/Salpetersäure (1 : 1) und Auftragung als Suspension inklusive des partikulären Rückstandes und direkte Suspension in Aceton dargestellt.

¹⁾ HSS: High speed steel, Hochleistungsschnellarbeitsstahl

²⁾ HSCo: Cobalt high speed steel, Hochleistungsschnellarbeitsstahl mit Cobaltanteil

Tabelle 2. Gefundene Massengehalte w im Vergleich der Aufschlussverfahren: offener Aufschluss (OA; N = 3, Einwaage $e = 12$ mg, 10 ml HCl/HNO₃ (1 : 2)) und Mikrowellendruckaufschluss (MWDA; N = 3, Einwaage $e = 12$ mg, 10 ml HCl/HNO₃ (1 : 2)), Analyse mittels ICP-MS; alle Angaben in %.

Element	S1		S2		S6		S8	
	w_{OA}	w_{MWDA}	w_{OA}	w_{MWDA}	w_{OA}	w_{MWDA}	w_{OA}	w_{MWDA}
Be	0,000094	0,0001	< BG	≤ BG	0,000016	0,00002	0,000054	0,000063
B	0,49	0,49	0,0053	0,0039	0,017	0,018	0,018	0,017
Al	14	14,1	0,089	0,1	1,5	2	2,3	2,7
Ti	0,27	0,28	0,0052	0,0059	0,024	0,068	0,38	0,43
V	0,0044	0,0047	1,2	1,2	0,22	0,23	0,0037	0,004
Cr	0,6	0,59	3,1	3,3	0,1	0,12	0,015	0,042
Mn	0,078	0,079	0,24	0,24	0,19	0,21	0,15	0,16
Fe	27,1	26,1	69,7	70,5	36,8	37	2,6	2,9
Co	0,37	0,37	3,4	3,4	0,015	0,015	0,0047	0,0045
Ni	2	2	0,29	0,3	0,089	0,093	0,013	0,013
Cu	1,3	1,3	0,14	0,15	0,57	0,58	0,2	0,19
Zn	0,76	0,73	< BG	≤ BG	0,76	0,78	0,43	0,43
Mo	0,0076	0,0085	5,2	4,7	0,034	0,033	0,0023	0,0022
Cd	0,000076	0,000084	≤ BG#	≤ BG#	0,0018	0,0018	0,00066	0,0005
Sn	0,34	0,34	0,0059	0,0054	0,22	0,212	0,1	0,09
Sb	0,012	0,014	0,001	0,00085	0,032	0,02224	0,0083	0,0081
Ba	1,1	1	< BG	≤ BG	0,22	0,24	0,19	0,2
W*	0,0029	0,0028	0,75	0,129	0,008	0,0048	0,004	0,0024
Pt	0,0027	0,0027	< BG	≤ BG	0,0012	0,0013	≤ BG	≤ BG
Pb	0,081	0,08	< BG	≤ BG	0,28	0,27	0,14	0,14

#: starke ⁹⁵Mo¹⁶O⁺-Interferenz auf ¹¹¹Cd⁺, *: W unlöslich in diesem Aufschluss, BG: Bestimmungsgrenze

2.2 Vorversuche

Die vier ausgewählten Stäube wurden in parallelen Versuchsreihen dem Konventionaufschluss und dem Mikrowellenaufschluss (verwendete Mikrowelle: Typ „Microwave 3000“, Fa. Anton Paar, Ostfildern) unterworfen. Die quantitative Bestimmung der Metallkonzentrationen erfolgte mittels ICP-MS. Die Analyseergebnisse von 20 Metallen wurden verglichen und das Mikrowellen-Druckaufschlussverfahren, dessen Ergebnisse die beste Übereinstimmung mit dem Konventionsverfahren lieferte, wurde ausgewählt.

Als Grundlage der Verfahrensentwicklung wurde zuerst ein Standardmodell für die Vergleichbarkeit aller Verfahren festgelegt. Die Bedingungen lehnten sich an die Probenahme- und Analysenbedingungen für Luftproben an:

- Als Einwaage wurden einheitlich 12 mg der aufbereiteten Staubproben gewählt. Bei einem Probenahmevolumen von 1,2 m³ (zweistündige Probenahme bei einem Probenahme-luftvolumen von 10 l/min) entspricht dies einer Konzentration von 10 mg/m³ für die einatembare Fraktion (Allgemeiner Staubgrenzwert).
- Das Volumen des Aufschlussmediums betrug stets 10 ml und wurde nach dem Mikrowellenaufschluss auf 25 ml aufgefüllt.
- Zur Matrixanpassung wurde in allen Aufschlüssen ein Filter zugegeben.

Um die Vergleichbarkeit der zwei Aufschlussvarianten zu überprüfen, wurden die Staubproben mit identischer Säuremischung einem offenen Aufschluss und einem mikrowellenunterstützten Druckaufschluss unterworfen. Hierzu wurde die in der IFA-Arbeitsmappe, Kennzahl 6015 [3], beschriebene Säuremischung und Vorgehensweise beim offenen Aufschluss verwendet. Dieses Aufschlussmittel

besteht aus 2 Vol.-Teilen Salpetersäure (≥ 65 %) und 1 Vol.-Teil Salzsäure (25 %).

Die Ergebnisse (Tabelle 2) zeigen deutlich, dass eine Vergleichbarkeit der Aufschlussverfahren besteht. Einige Ausnahmen bilden hier die Elemente Chrom, Titan und Wolfram. Die Vergleichbarkeit der Chromkonzentration bei Probe S8 war nicht gegeben, mittels Mikrowellendruckaufschluss wurden deutlich höhere Chromkonzentrationen erzielt. Die Titankonzentration der Probe S6 liegt beim mikrowellenunterstützten Druckaufschluss deutlich höher (Faktor 2,8) als beim offenen Aufschluss. Welche Metallspezies vorliegt, ist nicht bekannt. Eine Ermittlung der Metallverbindung ist nur mit sehr hohem analytischen Aufwand zu erreichen. Die unterschiedliche Löslichkeit von Metallverbindungen kann ein Grund für die Differenzen der Metallkonzentrationen in den untersuchten Stäuben, beispielsweise Titan und Wolfram, sein. Für Wolfram beispielsweise ist eine Aufarbeitung durch Herstellung einer Suspension und quantitative Bestimmung mittels TRFA sinnvoll.

2.3 Variabilität des Aufschlussmediums

Zur weiteren Optimierung wurden folgende Variablen in weiteren Versuchen mittels Mikrowellendruckaufschluss näher untersucht:

- Säure/Säuremischung,
- Aufschlusszeit,
- Staubmasse.

Das Ziel der Aufschlussversuche mit unterschiedlichen Säuren und Säuremischungen war es, die Vergleichbarkeit mit dem in der IFA-Arbeitsmappe beschriebenen offenen Aufschluss zu überprüfen, die Handhabung zu verein-

Tabelle 3. Vergleich des Mikrowellen-Druckaufschlussverfahrens mit unterschiedlichen Aufschlussmedien mit dem offenen Konventions-Aufschlussverfahren nach IFA-Arbeitsmappe/MAK-Collection. Eingesetzte Säuremischungen: (a) – HNO₃/HCl (2 : 1), (b) – HNO₃, (c) – HNO₃/H₂O (4 : 1) + HCl

Element	S1			S2			S6			S8		
	W _{MWDA} : W _{OA}											
	(a) : (a)	(b) : (a)	(c) : (a)	(a) : (a)	(b) : (a)	(c) : (a)	(a) : (a)	(b) : (a)	(c) : (a)	(a) : (a)	(b) : (a)	(c) : (a)
	Faktor * 100 %											
Al	97,0	104	99,3	108	125	131	120	137	118	121	123	114
Ti	105	101	102	120	91,3	128	145	143	170	122	113	112
V	106	107	105	105	107	104	101	102	103	109	106	96,2
Cr	99	110	101	107	105	105	128	118	126	–	246	332
Mn	101	102	98	103	102	102	108	102	106	99	103	98
Fe	96	106	99	101	100	100	101	101	102	106	104	111
Co	101	107	104	102	100	100	98	96	103	100	98	119
Ni	100	107	98	102	98	98	104	100	110	93	104	102
Cu	100	103	98	107	96	96	102	101	102	97	91	112
Zn	96	108	97	–	–	–	102	100	103	102	99	110
Mo	107	97,2	89,3	–	–	–	93,9	94,9	103	–	–	–
Cd	110	116	125	–	–	–	101	99	136	76	108	117
Sn	99,8	7,87	4,48	92,3	79,4	76,6	91,9	13,7	8,71	92,9	79,3	86,8
Sb	118	0,83	1,59	–	–	–	69,1	2,8	3,3	99,3	59,1	59,2
Ba	96,6	103	99,4	–	–	–	103	107	101	101	108	99,5
W	96,6	0,14	0,75	17,2	5,3	6,6	62,6	2,7	4,3	53,9	54,4	44,9
Pt	102	98,5	95,6	–	–	–	–	–	–	–	–	–
Pb	98,5	99	98,2	–	–	–	99	102	103	100	103	101

MWDA: Mikrowellendruckaufschluss, OA: offener Aufschluss

fachen sowie die Kontaminationsmöglichkeiten und Matrixeffekte zu reduzieren.

In **Tabelle 3** sind die Ergebnisse der unterschiedlichen Aufschlüsse stets im Vergleich mit dem offenen Aufschluss nach IFA-Arbeitsmappe, Kennzahl 6015 [3], aufgeführt.

- Im ersten Versuch wurde auch im Mikrowellen-Druckaufschlussverfahren die Säuremischung verwendet, die beim offenen Aufschluss eingesetzt wird. Das Aufschlussmittel bestand aus 2 Vol.-Teilen Salpetersäure (≥ 65%) und 1 Vol.-Teil Salzsäure (25 %).

- Im zweiten Versuch wurde für den Mikrowellendruckaufschluss ausschließlich 65-prozentige Salpetersäure eingesetzt. Der reine Salpetersäureaufschluss zeigte im Vergleich zum offenem Aufschluss mit dem Salpetersäure-Salzsäure-Gemisch für die überwiegende Zahl der Metalle eine gute Übereinstimmung. Eine verminderte Wiederfindung ist bei Zinn und Antimon zu erkennen. Für Zinn und

seine Verbindungen ist ein anderes geeignetes Aufschlussverfahren zu wählen. Wolfram bildet auch hier die Ausnahme, aus den bereits in Abschnitt 2.2 dargestellten Gründen.

Um zu überprüfen, ob die Antimonwiederfindung des offenen Aufschlussverfahrens mit dem Salpetersäure-Salzsäure-Aufschlussgemisch einem modifizierten Salpetersäureaufschluss entsprechen kann, wurde eine weitere Versuchsreihe durchgeführt. Hierbei diente im Mikrowellendruckaufschluss als Aufschlussmedium ein Gemisch aus 65-prozentiger Salpetersäure und Reinstwasser im Volumenverhältnis 4 : 1. Im Anschluss wurde mit 25-prozentiger Salzsäure auf 25 ml aufgefüllt. Eine Verbesserung gegenüber dem reinen Salpetersäureaufschluss ergab sich dadurch nicht; somit ist dieses Verfahren zur quantitativen Bestimmung von Antimon und seinen Verbindungen ungeeignet.

Tabelle 4. Mikrowellen-Druckaufschlussprogramm.

Einwaage	12 mg + Filter	
Volumen Aufschlussmittel in ml	10	
Mikrowellenprogramm	Druckgesteuertes Programm	
	Rampe (Dauer in min)	15
	p-Rate in bar/s	0,5
	Haltezeit in min	45
	Leistung in W	1100
	p _{max} in bar	60
	T _{max} in °C	240
Folgeschritte	Umspülen, Auffüllen* auf 25 ml, ggf. Filtrieren, Verdünnen	

* mit Reinstwasser (ρ ≥ 18,2 MΩ · cm bei 25 °C)

Die Chromkonzentrationen des zweiten und dritten Versuches bei Probe S8 lieferten deutlich höhere Werte gegenüber dem offenem Aufschlussverfahren.

2.4 Optimierung des mikrowellenunterstützten Druckaufschlussverfahrens

Das Mikrowellenprogramm sollte unter den Aspekten der Dauer und der Einwaage der Staubmasse weiter optimiert werden. Hierbei wurde ein druckgesteuertes Programm mit Haltezeiten von 30, 45, 60 und 90 Minuten gewählt. Die Druckrate lag stets bei 0,5 bar/s in 15 min. Die Leistung des

Mikrowellensystems betrug 1 100 Watt bei einem Maximaldruck von 60 bar und einer maximalen Temperatur von 240 °C. Die quantitative Analyse der Stäube erfolgte mittels ICP-Massenspektrometrie. Die Ergebnisse zeigen, dass bereits nach 45 min Haltezeit in der Mikrowelle ein umfassender Aufschluss erreicht ist. Längere Bearbeitungszeiten der Proben erbrachten keine Vorteile.

Mit den oben genannten Parametern und einer Haltezeit von 45 Minuten erfolgten weitere Vorversuche. Druckaufschlüsse mit einer variablen Einwaage von 6, 12, 24 und 36 mg wurden mittels ICP-MS analysiert und miteinander verglichen. Die Ergebnisse wiesen bei allen Proben mit variablen Einwaagen die gleichen Metallkonzentrationen auf, sodass eine Einwaage von 12 mg Probenmaterial empfohlen werden kann.

In **Tabelle 4** ist das optimierte mikrowellenunterstützte Druckaufschlussprogramm dargestellt.

3 Ergebnis und Fazit

Das optimierte Aufschlussverfahren unter Verwendung reiner Salpetersäure ($\geq 65\%$) im Mikrowellendrucksystem erreicht für die meisten Metalle und ihre Verbindungen Ergebnisse, die gut vergleichbar sind mit denen des offenen Aufschlussverfahrens mit einem Salpetersäure-Salzsäure-Gemisch (2 HNO_3 ($\geq 65\%$) : 1 HCl (25 %)). Das Mikrowellen-Druckaufschlussverfahren ist damit alternativ für die Bestimmung des Gesamtmetallgehaltes in Staubproben geeignet. Ausnahmen bilden die Elemente Zinn, Antimon und Wolfram, für die dieses Verfahren ungeeignet ist. Zur quantitativen Ermittlung der Titankonzentration ist das Verfahren bedingt geeignet.

Die Vorteile des neu entwickelten Aufschlussverfahrens liegen in einer verkürzten Aufschlusszeit, höherer Reproduzierbarkeit sowie verminderten Querkontaminationen und Interferenzen in der Analytik. Durch neue Beurteilungsmaßstäbe für krebserzeugende Metalle sowie das Expositions-Risiko-Beziehung-Konzept und die dadurch stetig sinkenden Grenzwerte steigen die Anforderungen an die Metallanalytik. Daher sind die Entwicklung und der Einsatz verbesserter Aufschlussverfahren von hoher Bedeutung.

4 Ausblick

Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse des offenen Aufschlussverfahrens [3] und des im IFA entwickelten mikrowellenunterstützten Druckaufschlussverfahrens wurde in zwei Ringversuchen überprüft.

Am ersten Ringversuch nahmen Mitgliedern der DFG-Arbeitsgruppe „Luftanalysen“ der ständigen Senatskommission zur Prüfung gesundheitsschädlicher Arbeitsstoffe (MAK-Kommission) teil. Zusätzlich wurden abweichende Aufschlussverfahren, die innerhalb der verschiedenen Laboratorien zusätzlich Verwendung finden und dort etabliert sind, überprüft und miteinander verglichen. Ziel dieses Ringversuches war die Validierung des neuen Aufschlussverfahrens und nicht zuletzt die Veröffentlichung des Verfahrens als gleichberechtigter Konventionsaufschluss für Messstellen, die in Deutschland Messungen in Arbeitsbereichen vornehmen.

Ein weiterer Ringversuch, an dem sich internationale Partnerinstitute und Laboratorien beteiligten, wurde initiiert. Bedingungen und die Vorgehensweise in beiden Ringversuchen waren identisch. Die Ergebnisse dieses Ringversuches sollen in die internationale Normung einfließen, um auch weltweit eine bessere Vergleichbarkeit von Messergebnissen zu gewährleisten.

Die Ergebnisse der Ringversuche werden in zwei weiteren Veröffentlichungen beschrieben und dargestellt.

Literatur

- [1] Technische Regel für Gefahrstoffe: Arbeitsplatzgrenzwerte (TRGS 900). Ausg. 1/2006. BAfBl. (2006) Nr. 1, S. 41-55; zul. geänd. GMBL. (2017) Nr. 90, S. 919-922.
- [2] Technische Regel für Gefahrstoffe: Risikobezogenes Maßnahmenkonzept für Tätigkeiten mit krebserzeugenden Gefahrstoffen (TRGS 910). Ausg. 2/2014. GMBL. (2014) Nr. 12, S. 258-270; zul. geänd. GMBL. (2017) Nr. 43, S.782-783.
- [3] *Hahn, J. U.*: Aufschlussverfahren zur Analytik metallhaltiger Stäube (Kennzahl 6015). In: IFA-Arbeitsmappe Messung von Gefahrstoffen. 34. Lfg. IV/05. Hrsg.: Deutsche Gesetzliche Unfallversicherung (DGUV), Berlin. Berlin: Erich Schmidt 1989 – Losebl.-Ausg. www.ifa-arbeitsmappdigital.de/6015
- [4] *Greim, H.* (Hrsg.): Analytische Methoden zur Prüfung gesundheitsschädlicher Arbeitsstoffe, Luftanalysen. Bd. 1: Spezielle Vorbemerkungen – Probenahme und Bestimmung von Aerosolen und deren Inhaltsstoffen. 14. Lfg. Verlag Chemie, Weinheim 2005.
- [5] Sampling and determining aerosols and their chemical components (Air Monitoring Methods, 2005). The MAK Collection for Occupational Health and Safety. 4-40. Chapter 7.2: Preparation of dust samples for the determination of total metal content.