

VEREIN  
DEUTSCHER  
INGENIEURE

Bestimmung von Asbest in  
technischen Produkten  
Rasterelektronenmikroskopisches Verfahren  
Determination of asbestos in  
technical products  
Scanning electron microscopy method

VDI 3866  
Blatt 5 / Part 5

Ausg. deutsch/englisch  
Issue German/English

*Der Entwurf dieser Richtlinie wurde mit Ankündigung im Bundesanzeiger einem öffentlichen Einspruchsverfahren unterworfen.*

*Die deutsche Version dieser Richtlinie ist verbindlich.*

*The draft of this standard has been subject to public scrutiny after announcement in the Bundesanzeiger (Federal Gazette).*

*The German version of this standard shall be taken as authoritative. No guarantee can be given with respect to the English translation.*

Inhalt	Seite
Vorbemerkung.....	2
Einleitung.....	2
<b>1 Anwendungsbereich</b> .....	3
<b>2 Normative Verweise</b> .....	4
<b>3 Grundlagen des Verfahrens</b> .....	4
<b>4 Geräte, Betriebsmittel und Zubehör</b> .....	5
4.1 Geräte für die Probenpräparation.....	5
4.2 Geräte für die Auswertung.....	5
4.3 Betriebsmittel und Zubehör.....	6
<b>5 Probenvoruntersuchung und -präparation</b> .....	6
5.1 Voruntersuchung der kompakten Probe.....	6
5.2 Probenvorbehandlung.....	7
5.3 Probenpräparation.....	7
5.4 Vorgehensweise für ausgewählte Produktgruppen.....	9
<b>6 Mikroskopische Untersuchung</b> .....	10
6.1 Probenuntersuchung im REM.....	10
6.2 Faseridentifizierung mit EDXA.....	11
6.3 Geräteeinstellungen am REM.....	16
6.4 Abschätzung des Massenanteils von Asbest.....	18
<b>7 Analysenprotokoll</b> .....	20
<b>8 Verfahrensbewertung</b> .....	22
8.1 Allgemeines.....	22
8.2 Nachweisgrenze.....	22
8.3 Messunsicherheit.....	23
<b>9 Qualitätssicherung</b> .....	24
<b>10 Anwendungshinweise</b> .....	25
<b>Anhang A</b> Beispiele für REM-Aufnahmen von Materialproben.....	26
<b>Anhang B</b> Analyse von Proben mit geringen Asbestgehalten (< 1 %).....	31
B1 Durchführung.....	31
B2 Nachweis- und Bestimmungsgrenze.....	33
Schrifttum.....	38

Contents	Page
Preliminary note.....	2
Introduction.....	2
<b>1 Scope</b> .....	3
<b>2 Normative references</b> .....	4
<b>3 Principle</b> .....	4
<b>4 Apparatus, operating materials, and accessories</b> .....	5
4.1 Sample preparation apparatus.....	5
4.2 Apparatus for analysis.....	5
4.3 Operating materials and accessories.....	6
<b>5 Preliminary examination and sample preparation</b> .....	6
5.1 Preliminary examination of the compact sample.....	6
5.2 Sample pretreatment.....	7
5.3 Sample preparation.....	7
5.4 Procedure for selected product groups.....	9
<b>6 Microscopic examination</b> .....	10
6.1 SEM examination of samples.....	10
6.2 Fibre identification by means of EDXA.....	11
6.3 SEM settings.....	16
6.4 Estimation of the mass fraction of asbestos.....	18
<b>7 Analysis protocol</b> .....	20
<b>8 Performance characteristics</b> .....	22
8.1 General.....	22
8.2 Limit of detection.....	22
8.3 Measurement uncertainty.....	23
<b>9 Quality assurance</b> .....	24
<b>10 Application notes</b> .....	25
<b>Annex A</b> Examples of SEM micrographs of bulk material samples.....	26
<b>Annex B</b> Analysis of samples with low asbestos contents (< 1%).....	31
B1 Procedure.....	31
B2 Detection and quantification limit.....	33
Bibliography.....	38

VDI/DIN-Kommission Reinhaltung der Luft (KRdL) – Normenausschuss  
Fachbereich Umweltmesstechnik

VDI/DIN-Handbuch Reinhaltung der Luft, Band 4: Analysen- und Messverfahren I

## Vorbemerkung

Der Inhalt dieser Richtlinie ist entstanden unter Beachtung der Vorgaben und Empfehlungen der Richtlinie VDI 1000.

Alle Rechte, insbesondere die des Nachdrucks, der Fotokopie, der elektronischen Verwendung und der Übersetzung, jeweils auszugsweise oder vollständig, sind vorbehalten.

Die Nutzung dieser Richtlinie ist unter Wahrung des Urheberrechts und unter Beachtung der Lizenzbedingungen ([www.vdi.de/richtlinien](http://www.vdi.de/richtlinien)), die in den VDI-Merkblättern geregelt sind, möglich.

Allen, die ehrenamtlich an der Erarbeitung dieser Richtlinie mitgewirkt haben, sei gedankt.

Eine Liste der aktuell verfügbaren Blätter dieser Richtlinienreihe ist im Internet abrufbar unter [www.vdi.de/3866](http://www.vdi.de/3866).

## Einleitung

Der industrielle Einsatz von Asbest begann bereits in der zweiten Hälfte des 19. Jahrhunderts. Nach der Markteinführung von Asbestzement um 1900 erreichten die verwendeten Asbestmengen in Deutschland im Mittel 20000 bis 30000 Tonnen pro Jahr. Bis zum Jahr 1980 wurde Asbest aufgrund seiner vielfältigen Verwendungsmöglichkeiten in mehr als 3000 verschiedenen Produkten eingesetzt. Von Mitte der 1960er- bis Ende der 1970er-Jahre erreichten die Asbestimporte der Bundesrepublik Deutschland durchschnittlich rund 170000 Tonnen pro Jahr (in der DDR bis zu 70000 Tonnen pro Jahr). Beginnend mit dem Verbot von Spritzasbest im Jahr 1979 (in der DDR 1969) wurden die importierten Asbestmengen durch immer weiter reichende Herstellungs- und Verwendungsverbote bis Mitte der 1990er-Jahre auf nahezu null reduziert. Die Hauptphase der Substitution von Asbest lag im Zeitraum von 1985 bis 1990. Die Verwendung von Asbest ist in Deutschland seit 1993 verboten. Nur bei der Verwendung von natürlichen mineralischen Rohstoffen und im Rahmen von Abbruch-, Sanierungs- und Instandhaltungsarbeiten (ASI-Arbeiten) ist unter Beachtung der technische Regeln TRGS 517 und TRGS 519 ein Umgang mit asbesthaltigen Materialien zulässig.

Die Richtlinienreihe VDI 3866 zur Bestimmung von Asbest in technischen Produkten besteht aus dem Grundlagenblatt zur Messplanung und zur Entnahme und Aufbereitung der Materialproben (VDI 3866 Blatt 1) sowie drei Folgeblättern zur Asbestbestimmung mit den folgenden Analyseverfahren:

## Preliminary note

The content of this standard has been developed in strict accordance with the requirements and recommendations of the standard VDI 1000.

All rights are reserved, including those of reprinting, reproduction (photocopying, micro copying), storage in data processing systems and translation, either of the full text or of extracts.

The use of this standard without infringement of copyright is permitted subject to the licensing conditions ([www.vdi.de/richtlinien](http://www.vdi.de/richtlinien)) specified in the VDI Notices.

We wish to express our gratitude to all honorary contributors to this standard.

A catalogue of all available parts of this series of standards can be accessed on the Internet at [www.vdi.de/3866](http://www.vdi.de/3866).

## Introduction

The industrial use of asbestos started already in the second half of the 19<sup>th</sup> century. Following the market introduction of asbestos cement around 1900, the asbestos quantities used in Germany averaged 20000 to 30000 tonnes annually. By 1980, asbestos was being used in more than 3000 different products thanks to its great versatility. From the mid-1960s until the end of the 1970s, asbestos imports into West Germany reached an annual average of about 170000 tonnes (in East Germany, up to 70000 tonnes annually). Beginning with the ban on sprayed asbestos in 1979 (in East Germany, this had happened in 1969), through increasingly wide-ranging bans on manufacturing and use, the imported asbestos quantities dropped to nearly zero by the mid-1990s. The main phase of the substitution of other materials for asbestos took place from 1985 to 1990. The use of asbestos is banned in Germany since 1993. Handling asbestos-containing materials is permissible only when using natural mineral raw materials and in connection with demolition, renovation, and maintenance works, in any case complying with the technical regulations TRGS 517 and TRGS 519.

The series of standards VDI 3866 on the determination of asbestos in technical products consists of the fundamental part on measurement planning, sampling and sample preparation (VDI 3866 Part 1) and three supplementary parts on determining asbestos using the following analytical methods:

- IR-Spektroskopie (VDI 3866 Blatt 2)
- Phasenkontrastmikroskopie (VDI 3866 Blatt 4)
- Rasterelektronenmikroskopie (VDI 3866 Blatt 5)

VDI 3866 Blatt 3 war ursprünglich für das Verfahren der Röntgendiffraktometrie vorgesehen, wurde wegen eingeschränkter Anwendbarkeit jedoch nicht realisiert.

Alle nicht verfahrensspezifischen Schritte, die der Probenpräparation und Probenanalyse vorausgehen, werden in VDI 3866 Blatt 1 behandelt.

In der vorliegenden Richtlinie wird die qualitative Bestimmung von Asbest einschließlich der Unterscheidung zwischen Chrysotil und Amphibolasbest in Proben von technischen Produkten mithilfe des REM/EDXA-Verfahrens (Rasterelektronenmikroskopie/energiedispersive Röntgenanalyse) beschrieben. Dieses Verfahren erlaubt zudem die Abschätzung des prozentualen Asbestmassengehalts der untersuchten Probe.

Wurde in der Vergangenheit bei der Herstellung eines Produkts zur Verbesserung von dessen technischen Eigenschaften Asbest zugemischt, so betrug der Asbestmassenanteil dabei üblicherweise mindestens 1 % (siehe VDI 3866 Blatt 1). In neuerer Zeit geraten Produkte in den Fokus der Untersuchungen, bei denen der Asbestgehalt deutlich kleiner sein kann – bis zu einem Massenanteil von 0,1 %. Dies betrifft z.B. Kleber, Versiegelungen, Spachtelmassen und Estriche sowie gegebenenfalls auch Faserzementplatten, die in der Zeit der Umstellung auf asbestfreie Produkte hergestellt wurden. Weiterhin können zur Herstellung von technischen Produkten natürliche mineralische Materialien eingesetzt worden sein, bei denen Asbest als unerwünschte Beimengung enthalten gewesen sein kann, z.B. bei Talk oder Vermiculit. Der Asbestmassengehalt liegt in diesen Fällen meist unter 0,1 %.

## 1 Anwendungsbereich

Diese Richtlinie legt ein rasterelektronenmikroskopisches Verfahren zum qualitativen Nachweis von Asbest in technischen Produkten, deren Asbestmassenanteil mindestens 1 % beträgt, fest. Durch Aufkonzentrieren der Probe (z. B. Säurebehandlung, Heißveraschung) und/oder Erhöhung des Auswerteaufwands kann die Nachweisgrenze abgesenkt werden. Das Verfahren eignet sich auch zur Abschätzung des prozentualen Asbestmassengehalts des technischen Produkts.

Bild 1 veranschaulicht, welche prozentualen Asbestgehalte in häufig angewendeten asbesthaltigen Produkten zu erwarten sind.

- IR spectroscopy (VDI 3866 Part 2)
  - phase-contrast optical microscopy (VDI 3866 Part 4)
  - scanning electron microscopy (VDI 3866 Part 5)
- VDI 3866 Part 3 was originally intended to specify the X-ray diffraction method, but was not realized because of limited applicability.

All of the procedural steps which are not method-specific and precede sample preparation and sample analysis are dealt with in VDI 3866 Part 1.

This standard specifies the qualitative determination of asbestos including the differentiation between chrysotile and amphibole asbestos in bulk material samples of technical products using the SEM/EDXA method (scanning electron microscopy/energy dispersive X-ray analysis). Furthermore, this method allows the estimation of the asbestos mass percentage of the investigated sample.

When, in the past, asbestos was mixed in during the manufacturing of a product in order to improve its technical properties, the mass fraction of asbestos was usually at least 1 % (see VDI 3866 Part 1). More recently, investigations have been focusing on products in which the asbestos content can be significantly lower, down to a mass fraction of 0,1 %. This applies e.g. to adhesives, sealing materials, fillers and screeds, and in some cases also fibre cement boards, which were being produced at the time of the transition to asbestos-free products. Furthermore, natural mineral materials in which asbestos may have been included as an impurity, e.g. talc or vermiculite, may have been used in the manufacture of technical products. In these cases, usually the asbestos mass fraction is below 0,1 %.

## 1 Scope

This standard specifies a scanning electron microscopy method for the qualitative detection of asbestos in technical products whose asbestos mass fraction is at least 1 %. The detection limit can be lowered by concentrating the sample (e.g. acid treatment, high-temperature ashing) and/or greater analytical effort. The method is also suitable for estimating the asbestos mass percentage in the technical product.

Figure 1 illustrates the percentage contents of asbestos which may be expected in commonly used asbestos-containing products.

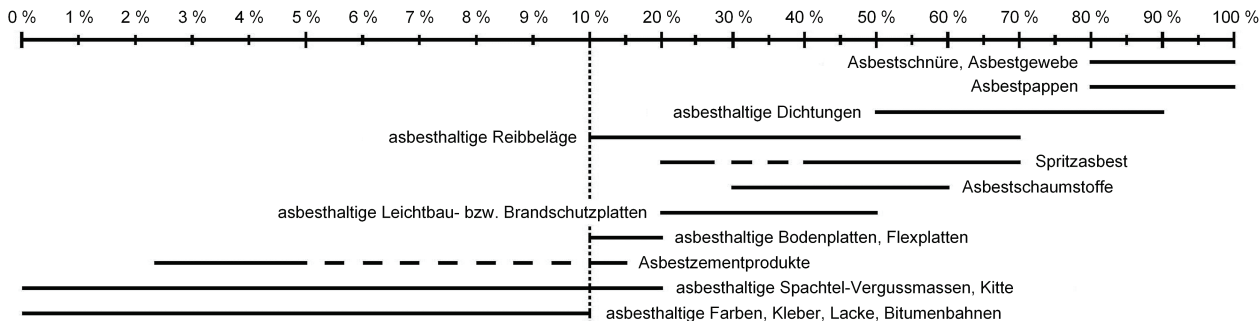


Bild 1. Prozentuale Asbestgehalte in häufig angewendeten asbesthaltigen Produkten

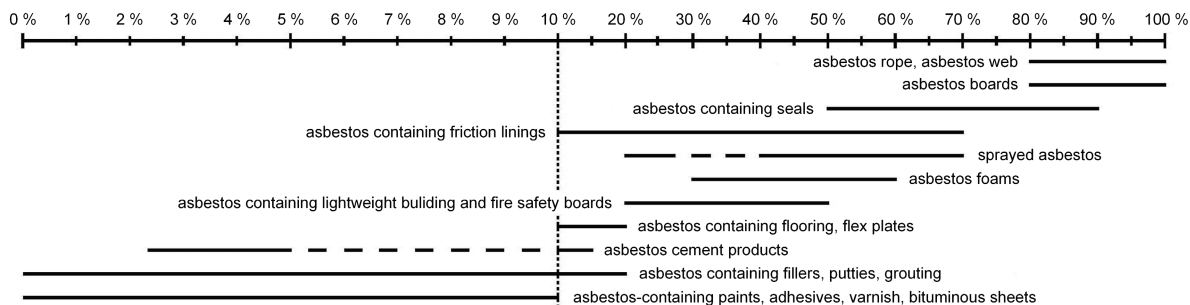


Figure 1. Percentage contents of asbestos in commonly used asbestos-containing products

## 2 Normative Verweise

Das folgende zitierte Dokument ist für die Anwendung dieser Richtlinie erforderlich:

VDI 3866 Blatt 1:2000-12 Bestimmung von Asbest in technischen Produkten; Grundlagen; Entnahme und Aufbereitung der Proben

## 2 Normative references

The following referenced document is indispensable for the application of this standard:

VDI 3866 Part 1:2000-12 Determination of asbestos in technical products; Principles; Sampling and sample preparation