

**Zdravotní ústav se sídlem v Ústí nad Labem
Pracoviště Hradec Králové**

Azbest –

kvantifikace a kvalita výsledků.

**Homola Petr, Vojtěchová Iva,
Kárníková Kateřina**

Vynálezce Eternitu Ludwig Hatschek,

* 9. 10. 1856 Těšetice (Töstitz bei Olmütz), † 15. 07. 1914 Linz

Jeho žena Rosa, která pocházela z rodiny bankéře Würzburga, našla a zakoupila v Horním Rakousku papírnu v obci Schöndorf u Vöcklabrucku. Zde v roce 1893 založil Ludwig Hatschek svoji firmu Vöcklabruck.

V roce 1900 si nechává patentovat právě objevenou směs z azbesto-cementu, patent na střešní krytinu obdrží až o rok později. Materiál je tvořen z 90% cementem a z 10% vlákný azbestu spojeného pomocí kartonážního stroje s vodou. Výsledkem jeho pokusů a snažení je nehořlavá hmota s nízkou hmotností, vhodná nejen pro střešní krytiny.

Továrny v **Hradci Králové, Častolovice, Mor. Ostrava**

O jejich účincích na lidské zdraví však pranic netuší.

Výrobek získává výstižné jméno Eternit a úspěšně šíří do světa vlákna azbestu.



Ludwig Hatschek

With Eternit to Eternity

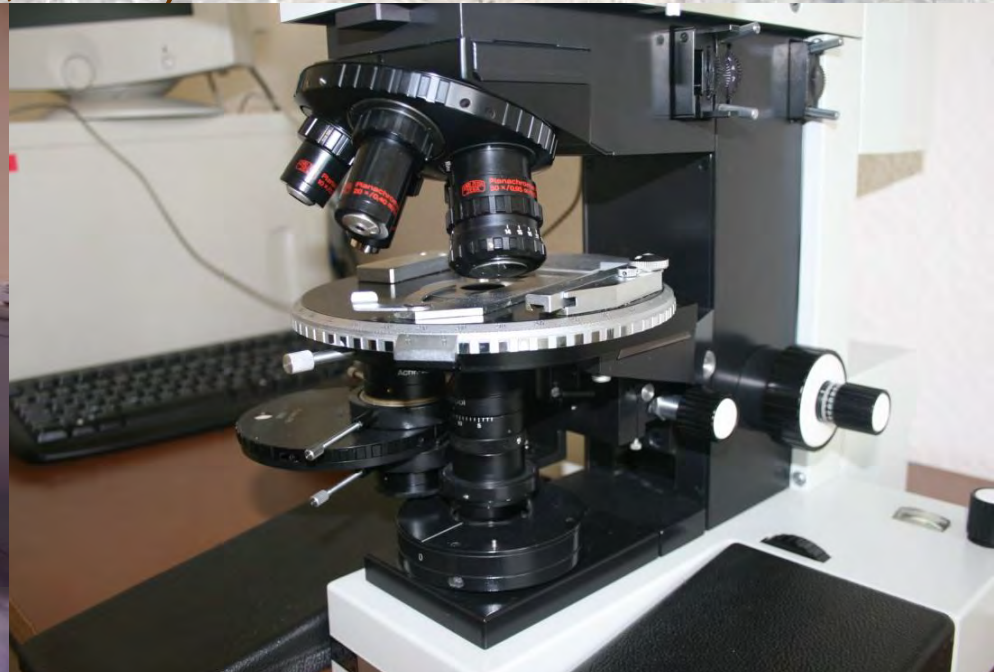
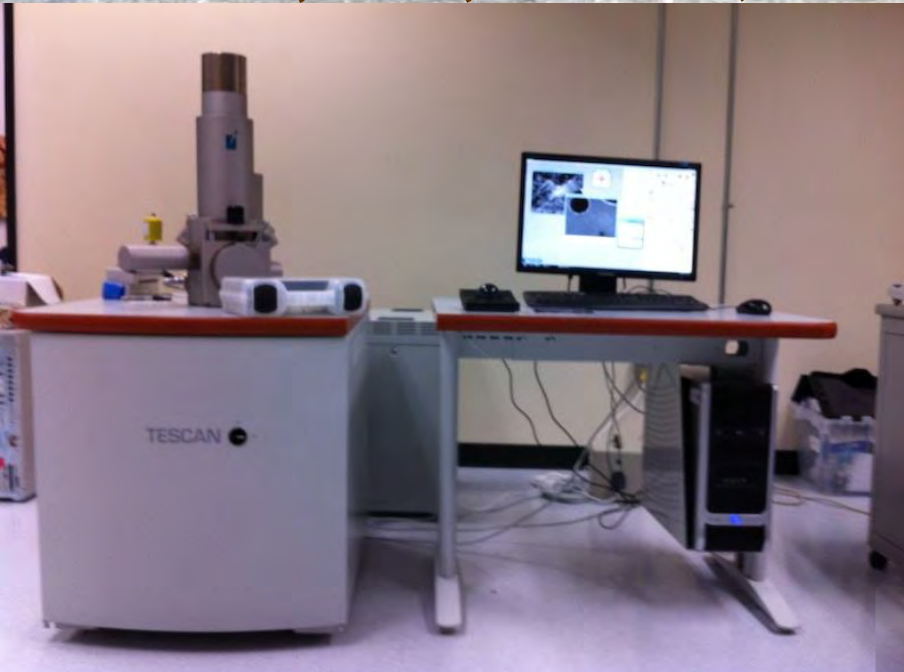


A: Kvalita výsledků stanovení azbestových vláken

Na čem záleží, co musí laboratoř dodržovat:

- 1) **Kvalitní instrumentální vybavení** – multidisciplíny. (kombinace více metod a technik – **SEM (REM), FTIR, PCM, POL, RAMAN, TEM, DTA** atd.).
- 2) **Validovaný standardní operační postup – SOP** zpracovaný na podkladě předpisů a norem (ISO 14966, VDI 3492, VDI 3861, NIOSH 7400, NIOSH 7402, OSHA ID 191, ČSN EN ISO 16000-7 atd).
- 3) **Validovaný postup výpočtu** výsledné hodnoty + nejistota výsledku.
- 4) **SRM / CRM** , standardní a certifikované referenční materiály od více výrobců.
- 5) **Standardní referenční preparáty** pro OPM.
- 6) **Kalibrace** čipu, délkových měřítek - mikrometric „stage“.
- 7) **Mezilaboratorní testy – PT** (Proficiency testing). **HSL, CALA, AIHA**
- 8) **Intralaboratorní porovnávání** výsledků.
- 9) **Srozumitelný Protokol** o zkoušce, Report, Zpráva apod.
- 10) **Akreditace.**
- 11) **Vyškolенý a zkušený** personál.
- 12) **Čistota prostředí** a dekontaminace instrumentace, bezpečnost práce.

1) **Kvalitní instrumentální vybavení** – multidisciplíny.
(kombinace více metod a technik – **SEM (REM)**, **FTIR**,
PCM, **POL**, **RAMAN**, **TEM**, **DTA**).



1) Kvalitní instrumentální vybavení



X-RAY MICROANALYSIS

X-ray Production Based on Bohr Model of the Atom

When the electron beam strikes the sample, orbiting electrons are ejected and the atom draws electrons from a higher energy orbit to fill the void. These electrons release energy in the form of X-ray photons, which are unique to a particular element.

Energy Dispersive Spectroscopy (EDS)

As the electron beam scans the sample, characteristic X-rays are generated at each location. The data can be processed to generate elemental line scans and dot maps. During XFlashMap collection X-rays are filtered into "bins called" "bins called" corresponding to their location on the sample. From this data set the analysis can extract element maps, line scans and spectra from raw data.

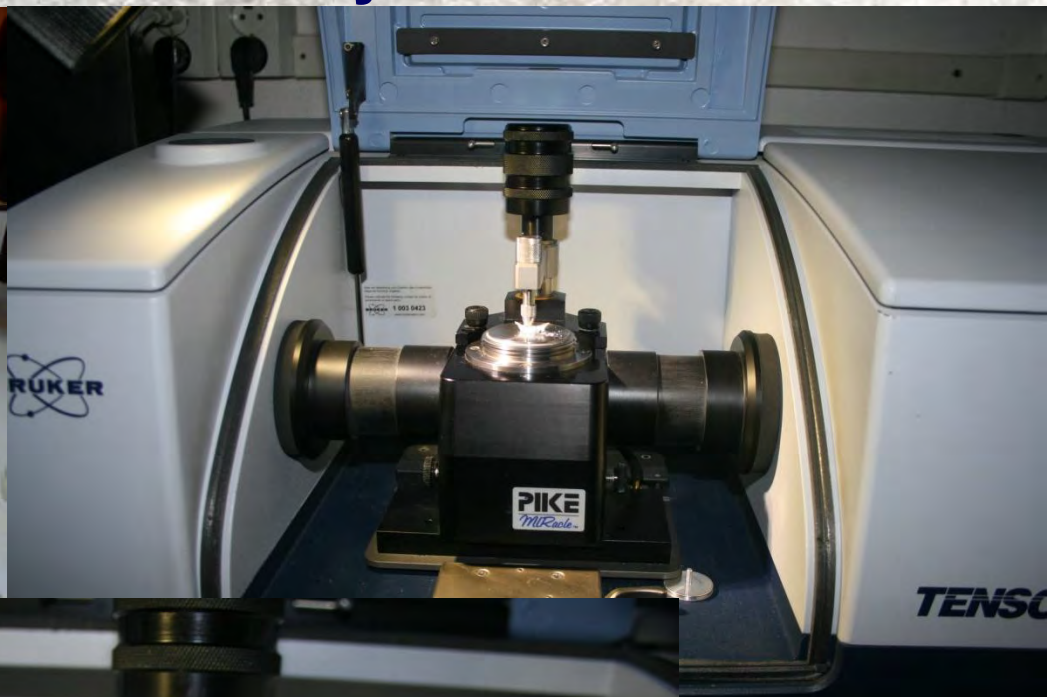
Extracted data can be sorted and grouped based on common phases. These results can be displayed as individual maps and phase maps.

Electron Backscatter Diffraction (EBSD)

Electron Backscatter Diffraction (EBSD) is a technique designed to identify and map the crystallographic phase and orientation of crystals using an electron microscope. Using an electron backscatter diffraction detector that is mounted at 90° or higher relative to the beam and with the resolution of 100 Å, the diffracted electrons collide with a phosphorus coated screen causing it to fluoresce. This signal is then captured with a low light CCD or an omniscience detector in a controlled and properly prepared. The resulting Electron Backscatter Pattern (EBSP) contains Bragg bands which form sharp diffracting lattice planes. These patterns are indexed to their Miller indices, from which we derive the orientation of the crystal.

Bruker AXS Microanalysis • www.bruker-axs-ma.com

1) Kvalitní instrumentální vybavení



2) Validovaný standardní operační postup – SOP zpracovaný na podkladě předpisů a norem: ISO 14966, VDI 3492, VDI 3861, NIOSH 7400, NIOSH 7402, OSHA 191, ČSN EN ISO 16000-7 atd.

3) Validovaný postup výpočtu vedoucí k výsledné hodnotě + konfidenčnímu intervalu + vyjádření nejistoty výsledku.

- AHEM_Příloha_13_1986_Azbest.pdf
- AHEM_Příloha_1_k_AHEM_8_1976.pdf
- AM68_277_Symbol_mineral.pdf
- ASTM_D_5755-09.pdf
- ASTM_D_5756-02_2008.pdf
- ATSDR_EPA_tp61_dulezite.pdf
- CASELLA_Acetone_Vaporizer.pdf
- CSN_EN_ISO_16000-7_2007_Azbest.pdf
- EPA-Method-1001_1983.pdf
- EPA-Method-1002_1994.pdf
- EPA_600_R_1993_Asbestos_in_Bulk.pdf
- EPA_600_R_2008.pdf
- EPA_744_R_2000_Vermiculite.pdf
- EPA_Sampling_asbestos.pdf
- EPA_SOP_2015_Asbestos_sampling.pdf
- EPA_VOL1_NO3.pdf
- GEOL_Asbestos_Guid_Sp_Publ_124.pdf
- HSE_CRR_349_2001.pdf
- HSG_248_2008.pdf
- IRSST_243-1.pdf
- ISO 14966_2002Cor 1_2007.pdf
- ISO 16000-16_2008.pdf
- ISO 16000-18_2011.pdf
- ISO_14966_2002.pdf
- ISO_22262-1_2007.pdf
- LabResults10TEMASTMMicroVacDust.pdf
- MDHS_101_Silica_FTIR_XRD.pdf
- MDHS_14-3_Gravimetric_Dust.pdf
- MDHS_39-4_PCM.pdf
- MDHS_59_1988_PCM_Fibre.pdf
- MDHS_82_Dust_Lamp.pdf
- MDHS_87_Fibre_in_Air.pdf
- NIOSH_0500_ISSUE2_1994_Total_mass.pdf
- NIOSH_0600_ISSUE3_1998.pdf
- NIOSH_0800_Bioaerosol_sampling.pdf
- NIOSH_7400_ISSUE2_1994_Asbestos_PCM.pdf
- NIOSH_7402_ISSUE2_1994_TEM.pdf
- NOHSC_3003_2005_MFM.pdf
- NOHSC_3006_1989.pdf

4) Standardní Referenční Materiály a metrologická návaznost



<p>IOM Asbestos Reference Standards</p> <p>A full description of the preparation and characterisation of the optical microscope standards is available in TM91/06 published by the Institute of Occupational Medicine Ltd. Copies may be obtained from IOM Technical Information.</p> <p>Research, Consultancy, Training 8 Roxburgh Place, Edinburgh EH8 9SU, United Kingdom Tel: 031-667 5131 Fax: 031-667 0136</p>	<p>ASBESTOS REFERENCE STANDARDS (For optical microscopy)</p> <p>Chrysotile [White Asbestos] [Cassiar, Canada]</p> <p>Copies of documentation and Hazard Data Sheets will be supplied by the IOM according to Article 10 of Directive 88/379/EEC</p>	<p>HSE Health & Safety Executive</p> <p>This standard reference sample of asbestos is one of a series collected, characterised and validated by the IOM funded by the UK Health and Safety Executive (Contract No. 2490/R48.44)</p> <p>Information on the control and use of asbestos at work is available from your HSE area office.</p>	<p>a</p> <p>WARNING CONTAINS ASBESTOS FOLLOW SAFETY INSTRUCTIONS</p>
<p>IOM Asbestos Reference Standards</p> <p>A full description of the preparation and characterisation of the optical microscope standards is available in TM91/06 published by the Institute of Occupational Medicine Ltd. Copies may be obtained from IOM Technical Information.</p> <p>Research, Consultancy, Training 8 Roxburgh Place, Edinburgh EH8 9SU, United Kingdom Tel: 031-667 5131 Fax: 031-667 0136</p>	<p>ASBESTOS REFERENCE STANDARDS (For optical microscopy)</p> <p>Amosite [Fibrous Grunerite] [Brown Asbestos]</p> <p>Copies of documentation and Hazard Data Sheets will be supplied by the IOM according to Article 10 of Directive 88/379/EEC</p>	<p>HSE Health & Safety Executive</p> <p>This standard reference sample of asbestos is one of a series collected, characterised and validated by the IOM funded by the UK Health and Safety Executive (Contract No. 2490/R48.44)</p> <p>Information on the control and use of asbestos at work is available from your HSE area office.</p>	<p>a</p> <p>WARNING CONTAINS ASBESTOS FOLLOW SAFETY INSTRUCTIONS</p>
<p>IOM Asbestos Reference Standards</p> <p>A full description of the preparation and characterisation of the optical microscope standards is available in TM91/06 published by the Institute of Occupational Medicine Ltd. Copies may be obtained from IOM Technical Information.</p> <p>Research, Consultancy, Training 8 Roxburgh Place, Edinburgh EH8 9SU, United Kingdom Tel: 031-667 5131 Fax: 031-667 0136</p>	<p>ASBESTOS REFERENCE STANDARDS (For optical microscopy)</p> <p>Crocidolite [Fibrous Riebeckite] [Blue Asbestos]</p> <p>Copies of documentation and Hazard Data Sheets will be supplied by the IOM according to Article 10 of Directive 88/379/EEC</p>	<p>HSE Health & Safety Executive</p> <p>This standard reference sample of asbestos is one of a series collected, characterised and validated by the IOM funded by the UK Health and Safety Executive (Contract No. 2490/R48.44)</p> <p>Information on the control and use of asbestos at work is available from your HSE area office.</p>	<p>a</p> <p>WARNING CONTAINS ASBESTOS FOLLOW SAFETY INSTRUCTIONS</p>
<p>IOM Asbestos Reference Standards</p> <p>A full description of the preparation and characterisation of the optical microscope standards is available in TM91/06 published by the Institute of Occupational Medicine Ltd. Copies may be obtained from IOM Technical Information.</p> <p>Research, Consultancy, Training 8 Roxburgh Place, Edinburgh EH8 9SU, United Kingdom Tel: 031-667 5131 Fax: 031-667 0136</p>	<p>ASBESTOS REFERENCE STANDARDS (For optical microscopy)</p> <p>Tremolite Asbestos</p> <p>Copies of documentation and Hazard Data Sheets will be supplied by the IOM according to Article 10 of Directive 88/379/EEC</p>	<p>HSE Health & Safety Executive</p> <p>This standard reference sample of asbestos is one of a series collected, characterised and validated by the IOM funded by the UK Health and Safety Executive (Contract No. 2490/R48.44)</p> <p>Information on the control and use of asbestos at work is available from your HSE area office.</p>	<p>a</p> <p>WARNING CONTAINS ASBESTOS FOLLOW SAFETY INSTRUCTIONS</p>

4) Standardní Referenční Materiály s platnými certifikáty



National Institute of Standards & Technology Certificate of Analysis Standard Reference Material 1866

Bulk Asbest



National Institute of Standards & Technology

Certificate

Standard Reference Material[®] 1866b

Common Commercial Asbestos

Standard Reference Material (SRM) 1866 is a set of the synthetic glass fiber sample. The three asbestos types (crocidolite). The optical properties of each of these are characterized so that these samples may serve as primary in building materials [1]. The glass fiber sample serves as contamination that would affect the accuracy and limits are typical of the asbestos found in bulk samples of. However, various conditions, such as geographic origin or properties of the asbestos in bulk insulation samples to [2].

The certification of each of the asbestos materials is qualitative, each material certified to be the asbestos type

CERTIFICATE

Macroscopic Properties:	Chrysotile
Distribution of phases	homogeneous
Texture	asbestiform
Color	white
Concentration of asbestos (by wt. or vol.)	>90%

Characterization of the Standard Reference Materials Division, by J.R. Verkooren, J.M. Phelps, C.J. Post, B.W. Harvey of Research Triangle Institute and J. Renu

Support for the preparation of these materials was supplied by the Office of Toxic Substances under the guidance of E.A. Dutrow and

The materials were mixed and packaged by Research Triangle Institute

Statistical analysis of the certification data was provided by NIST.

The overall direction and coordination of the technical work was provided by E.B. Steel, Gas and Particulate Science Division, NIST

The technical and support aspects involved in the preparation of the Standard Reference Material were coordinated through the Office of Standard Reference Materials

Gaithersburg, MD 20899
November 21, 1988

This standard reference material (SRM) is comprised of three commercial-grade asbestos materials: grunerite (amosite), and asbestiform riebeckite (crocidolite). These are the types of asbestos commonly used in commerce. These asbestos materials are typical of the asbestos found in routine asbestos inspections of building materials. The optical properties of these materials have been characterized so that this SRM may serve as a primary calibration standard in the identification of asbestos by polarized light microscopy (PLM) [1-3]. However, various conditions, such as geographic origin or acid treatment, could cause the optical properties of the asbestos in bulk insulation samples to vary from those of the materials comprising this SRM. A unit of SRM 1866b consists of a set of three bottles: one bottle containing asbestiform grunerite (amosite), and one bottle containing crocidolite. Each bottle contains between 1 gram and 3 grams of material.

Certified Properties and Uncertainties: The certified properties for chrysotile and amosite in SRM 1866b are given in Tables 1 and 2, respectively. Refractive indices were measured in the range of visible wavelengths using the double variation method [4] on individual fibers of chrysotile and amosite asbestos. Certified values for each of 2 principal orientations, α' and γ' , are reported at 10 and 8 wavelengths in the visible range. Expanded uncertainties were calculated as simultaneous values [5] designed to cover 95 % of the refractive index values measured at the nominal wavelength and corrected for bias from calibration measurements.

Supplemental Information: The refractive indices of crocidolite could not be certified due to the characteristics of crocidolite in the range of visible wavelengths. Crocidolite can be positively identified by the supplemental information provided. Additional characteristic properties of chrysotile and amosite, which are qualitative in nature, but necessary for positive identification of these phases by PLM, are also provided.

Expiration of Certification: The certification of this SRM is valid until 12 January 2015, unless specified, provided the SRM is handled and stored in accordance with the instructions in the certificate. Certification will be nullified if the SRM is damaged, contaminated, or otherwise modified.

Maintenance of Certification: NIST will monitor representative solutions from this SRM for changes in certification. If substantive changes occur that affect the certification before the expiration date, NIST will notify the purchaser. Registration (see attached sheet) will facilitate notification.

Characterization of the Standard Reference Material was performed in the NIST Surface and Microanalysis Science Division by J.R. Verkooren. Data used in the certification from the original issues of this SRM were provided by J.M. Phelps, E.S. Windsor, D.M. Hues, and E.B. Steel.

Statistical analysis of the certification data was provided by S.D. Leigh of the NIST Statistical



National Institute of Standards & Technology

Certificate of Analysis Standard Reference Material[®] 1867a

Uncommon Commercial Asbestos

This standard reference material (SRM) is comprised of three uncommon commercial asbestos materials (tremolite asbestos, actinolite asbestos, and anthophyllite asbestos) intended for use in the identification of these minerals by polarized light microscopy (PLM) [1,2]. The certified values for SRM 1867a are identical to the original certified values provided in the previous issuance of this material, SRM 1867. Additional reference values and information values are provided with this reissue. The materials used in SRM 1867a came from the original lots of material used for SRM 1867 and represent the last of the original supply. Each unit of SRM 1867a consists of a set of three bottles, each containing several grams of one of the three mine-grade asbestos materials, with certified optical properties that can be measured by PLM.

The three materials contained in this SRM are single representatives of their mineral types and cannot represent all the variability inherent to these mineral species. The changes in optical properties due to differences in chemical composition for tremolite and actinolite from the materials contained in this SRM are detailed in Reference 3. The unique morphology of asbestos may alter the optical properties of tremolite, actinolite, and anthophyllite asbestos from those reported for the materials contained in this SRM, as described in Reference 4.

Certified Properties and Uncertainties: Refractive indices were measured in the range of visible wavelengths by using the double variation technique on individual fibers oriented with a spindle stage [5,6] in immersion liquids calibrated by an independent technique (minimum deviation). Refractive indices were fit to a Cauchy equation to calculate the refractive index at 589.3 nm (n_D) (Table 1) and to provide the dispersion constants (Table 2). Expanded uncertainties were calculated as Working-Hotelling confidence intervals [7,8] with a coverage factor 2 corrected for bias from calibration measurements.

Reference Values: Extinction angles (Table 1) were measured from oriented fibers with uncertainties on the means calculated as expanded uncertainties with a coverage factor 2 [8]. The compositions of the materials were determined by electron probe microanalysis (EPMA) on polished specimens and are given in Table 3 in % mass fraction of the oxide and in atoms per formula unit (apfu) calculated on the basis of 23 oxygens. The unit cell dimensions (Table 4) of the materials were determined by X-ray diffraction (XRD) on powdered specimens using an internal standard. Reference values are non-certified values that are the best estimate of the true value; however, the values, which are based on determinations done with a single reliable method, do not meet the NIST requirement for certification and are provided with associated uncertainties that may reflect only measurement precision and may not include all sources of uncertainty.

Expiration of Certification: The certification of this SRM is valid until 31 December 2017, within the uncertainty specified, provided the SRM is handled and stored in accordance with the instructions given. However, the certification will be nullified if the SRM is damaged, contaminated, or otherwise modified.

The support aspects involved in the certification and issuance of this SRM were coordinated through the NIST Standard Reference Materials Program by B.S. MacDonald.

Richard R. Cavanagh, Chief
Surface and Microanalysis Science Division

Gaithersburg, MD 20899
Certificate Issue Date: 12 March 2003

John Rumble, Jr., Chief
Measurement Services Division

Richard R. Cavanagh, Chief
Surface and Microanalysis Science Division

Gaithersburg, MD 20899
Certificate Issue Date: 09 January 2007

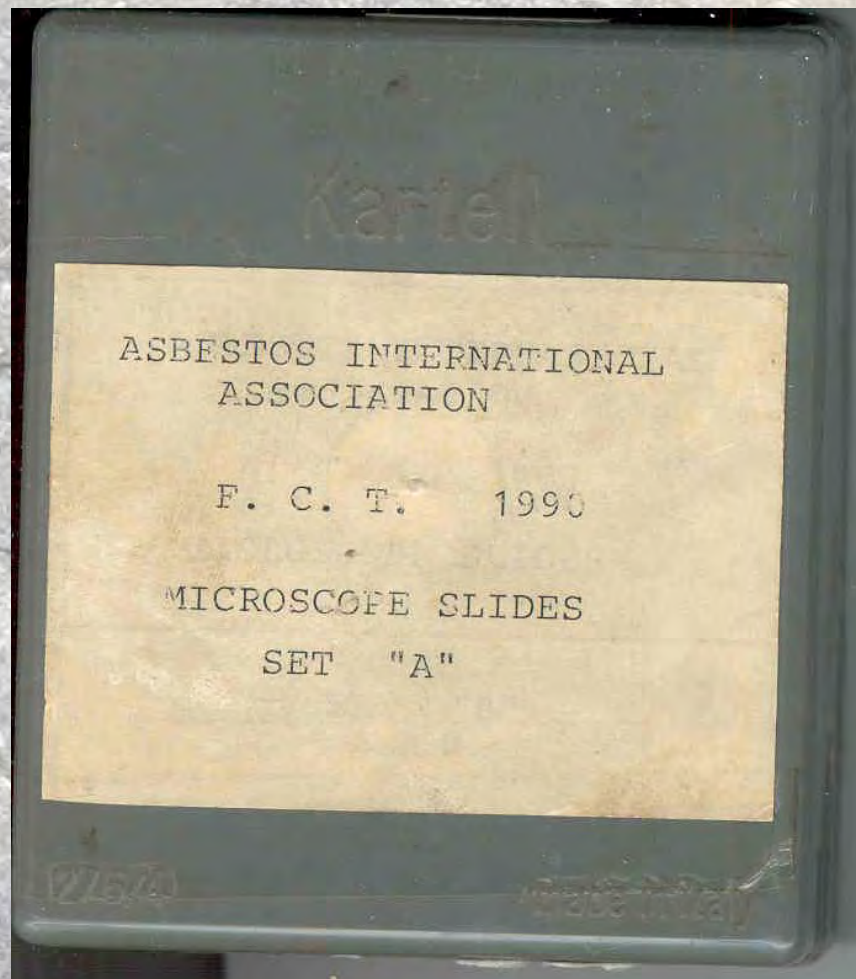
Robert L. Watters, Jr., Chief
Measurement Services Division

SRM 1866b

Page 1 of 6

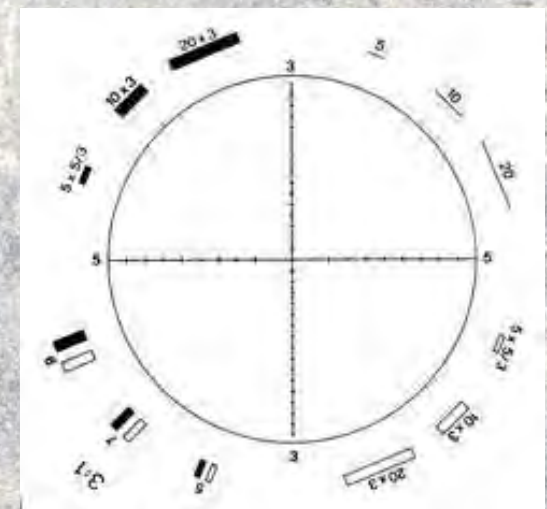
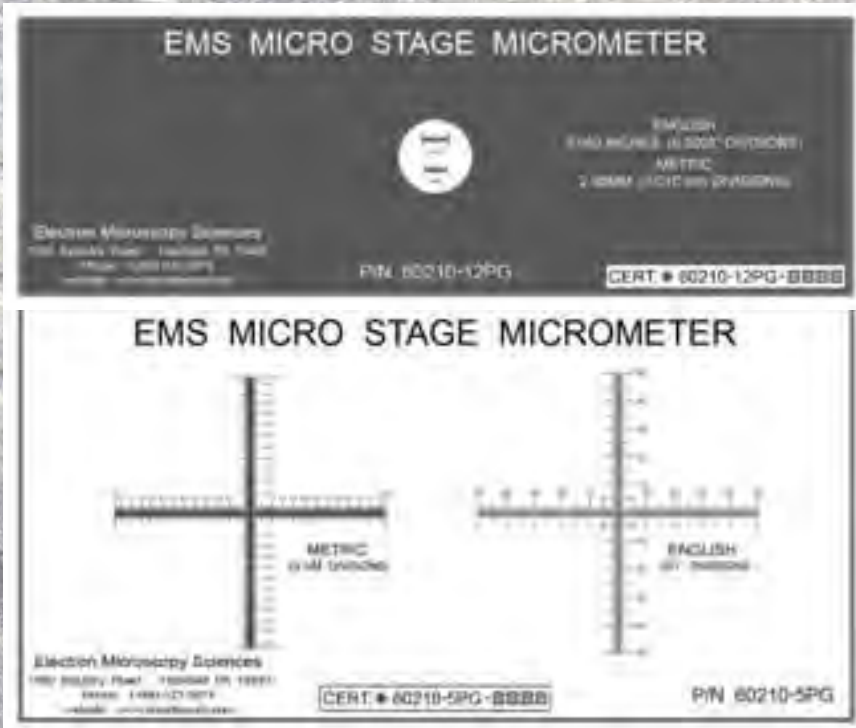
Page 1 of 6

5) Standardní Referenční preparáty s typy azbestu



6) Metrologická návaznost. Kalibrace čipu, délkových měřítek - micrometric „stage“.

Certificate of Calibration Master test slide NPL PC2



6) Kalibrace čipu, délkových měřítek - micrometric „stage“.

Reference standards for X-ray microanalysis (SEM)

Micro-Analysis Consultants range

This range of standards can be supplied individually or in the form of multi-element sets either fixed or as a selection to the choice of the user. Standards can be supplied that are suitable for energy dispersive or wavelength dispersive X-ray microanalysis systems.

All standards are supplied with fully authenticated certificates of analysis and a location map for standard identification. A Faraday cup for accurate specimen current measurements is available as an optional extra on all mounts.

The standards are polished to a ¼ µm diamond finish and carbon coated. They are available in a variety of brass holders, 25 mm or 32 mm diameter blocks containing up to 50 standards, carousels, 13 mm diameter blocks to fit pin stubs, or individual tubes of 2 mm, 3 mm or 5 mm diameter.



Basic calibration set

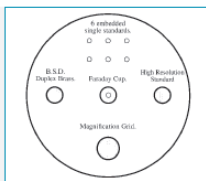
A set of six standards plus a Faraday cup mounted in a 25 mm diameter block, designed to provide a wide range of calibrations and performance checks. The six standards BN, C, Mn, Co, Cu and MnAl₂Si₂O₇ can be used for determining energy scale calibration, detector resolution, light element sensitivity and resolution, thin window contamination and probe current stability.

S1928 Basic calibration set

Multi-purpose calibration block

This set combines a number of test specimens in a single 32 mm diameter holder. Six analytical standards specified by the user are provided for EDX calibration together with a Faraday cup. A silicon test specimen is used for magnification calibration, a gold on carbon test specimen for resolution checking and a duplex brass specimen for checking backscattered electron detector performance. Supplied with certificates of analysis and a certificate of accuracy for the magnification standard. Other combinations available on request.

S1919 SEM calibration block



Calibration specimens for scanning electron microscopy

Magnification calibration

Polystyrene latex particles



This range of polystyrene particles is excellent for SEM calibration purposes. It is possible to derive an internal standard of size by mixing a suitable concentration of these particles with the particles of unknown size being studied. The wide range of particle sizes available is listed below, with the standard deviation and approximate particle concentration. These values may be subject to variation between different batches.

Cat. no.	Mean particle* size (µm)	Standard deviation (µm)	Particle concentration (approx) n/ml
S130-1	0.120	0.021	1.05 x 10 ¹²
S130-2	0.132	-	7.91 x 10 ¹¹
S130-3	0.182	-	3.02 x 10 ¹¹
S130-4	0.216	0.0009	1.80 x 10 ¹¹
S130-5	0.303	0.0019	6.50 x 10 ¹⁰
S130-6	0.520	-	1.29 x 10 ¹⁰
S130-7	0.855	-	3.04 x 10 ⁹

*Particle sizes shown may vary due to batch availability.

Although these standard deviations are very small, the suspension may contain some particles of material with different diameters from the mean. A statistically significant number of latex particles should be included in any micrograph where a size comparison is to be attempted. It is important not to subject these spheres to excessive irradiation. All solutions are approximately 0.1 % weight by volume, packed in vials of 5 ml.



Český metrologický institut

Okružní 31, 638 00 Brno

tel. +420 545 555 111, fax +420 545 222 728, www.cmi.cz



Kalibrační laboratoř č.2202 akreditovaná Českým institutem pro akreditaci, o.p.s.

Pracoviště: Oblastní inspektorát Brno, Okružní 31, 638 00 Brno

Oddělení délky, tel. +420 545 555 111, fax +420 545 555 183

KALIBRAČNÍ LIST 6033-KL-D0108-11

Datum vystavení : 11. duben 2011

List 1 ze 2 listů

Zákazník : TESCO, a.s.
Libušina tř. 21, 623 00 Brno-Kohoutovice

Měřidlo : Testovací čip µ-scale

Výrobce : TESCO

Identifikační číslo : č. 1

Rozsah : (3 ± 100) µm

Použité etalony : laserinterferometr Renishaw XL80, ev. č. 10R987,
kal. list 8014-K1-L005-09

Kalibrační postup : 633-MP-C006

Podmínky měření : Teplota vzduchu (20,0 ± 0,3) °C

Nejistota měření : U = 0,3 µm

Standardní nejistota měření byla určena v souladu s dokumentem EA 4/02. Uvedená rozšířená nejistota měření je součinem standardní nejistoty měření a koeficientu rozšíření k, který odpovídá pokrytí asi 95 %, což pro normální rozdělení odpovídá koeficientu k = 2.

Výsledky kalibrace byly získány za podmínek a s použitím postupu uvedených v tomto kalibračním listě a vztahují se pouze k době a místu provedení kalibrace.

Datum kalibrace : 11. duben 2011

Kalibraci provedl:

Ing. Václav Duchovní



Vedoucí oddělení :

Ing. Václav Duchovní

Tento dokument nesmí být bez písemného souhlasu provádějící laboratoře rozmnožován jinak než v celkovém počtu listů.

7 - 8) PT – Proficiency Testing, Mezilaboratorní a intralaboratorní porovnávací měření



Enabling a Better Working World

Login Register

Enter Keyword Search

- Home
- About HSL
- Your business
- What we do
- Resources
- News & Events
- Health & Safety Training
- Health & Safety Conferences
- Health & Safety Products
- HSL Shop
- Contact us

Proficiency Testing Schemes

Proficiency Testing (PT) samples for analysis. L normal routine, and rep with a report showing th participation in a profici



Useful Links

- › Provides staff with a
- › Benchmarks perform
- › Demonstrates to enc bodies that there is :

HSL PT Sc

HSL operates the follow asbestos assessments.

The schemes are open Summary information c: the participant handbo



Asb



Asb



Reg



SEM

Asbestos PT Scheme Schedule for 2014-2015



Round	Samples despatched (Week commencing)	Results deadline	Reports despatched (Week commencing)
53	5 th May 2014	13 th June 2014	30 th June 2014
54	8 th September 2014	10 th October 2014	27 th October 2014
55	12 th January 2015	13 th February 2015	2 nd March 2015



Round	Samples despatched (Week commencing)	Results deadline	Reports Available (Week commencing)
4	12 th May 2014	20 th June 2014	7 th July 2014
5	15 th September 2014	17 th October 2014	3rd November 2014
6	19 th January 2015	20 th February 2015	9 th March 2015



Round	Samples despatched	Lab 1 deadline	Lab 2 delivery by	Lab 2 deadline
97	7 th April 2014	9 th May 2014	12 th May 2014	6 th June 2014
98	15 th September 2014	15 th October 2014	17 th October 2014	14 th November 2014
99	5 th January 2015	4 th February 2015	6 th February 2015	6 th March 2015



Round	Samples Despatched	Results Deadline	Reports Available (Week Commencing)
4	15 th September 2014	31 st October 2014	17 th November 2014

Asbestos in Materials Scheme (AIMS)



AIMS R54 is in progress
Reports will be available w/c
Monday 27 October 2014

Proficiency Testing Scheme Overview

Asbestos In Materials Scheme (AIMS) assesses the performance of laboratories carrying out the identification of asbestos in bulk materials. The AIMS scheme is operated by HSL, which oversees management, registration, and membership matters together with distribution of the samples and processing the participant data.

Analytes in the Scheme

Scanning Electron Microscopy Fibre Counting Scheme



SEMS R4 Results Deadline Date is
Friday 31 October 2014

Proficiency Testing Scheme Overview

Our SEM Fibre Counting Scheme (SEMS) aims to assess the proficiency of laboratories counting asbestos fibres in air using Scanning Electron Microscopy. The SEM scheme is operated by HSL in association with APC, Germany and TNO, Netherlands. HSL oversees the management, registration, and membership matters together with distribution of the samples and processing the laboratory data.

Analytes in the Scheme

Asbestos and other inorganic fibres are mounted on gold coated polycarbonate filters.

Who Should Participate?

The **UK Control of Asbestos Regulations** require laboratories that undertake this type of analysis be accredited by the United Kingdom Accreditation Service (UKAS) to **ISO 17025**. The arrangements in other countries may be different. Any laboratory that is accredited to the ISO 17025 standard for this type of analysis is likely to be required to participate in an appropriate PT Scheme by their national accreditation body.

What are the Recommended Methods?

The recommended methods of analysis are the **ISO 14966 (2002)** and the **VDI 3492 (2014)**.

The participant handbook provides a comprehensive overview of the operation of the SEM PT scheme and can be found under 'Useful Links'.

AIMS 7 - 8) PT – Proficiency Testing

Asbestos in Materials Individual Results : Round 050 Aims Round : Main (Live)

For Laboratory Number : █████ Zdravotni Ustav se sidiem v Usti nad Labem

Report Issued : 09.07.2013

Report No. : 050 352 3600

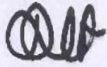
Your Performance Score : Performance Score Is The Cumulative Of The Last 3 Valid Rounds

Your Performance Classification : Performance Rating Can Be Issued After 3 Valid Rounds

Your Score This Round : 0

Sample	Your Result	Assigned Result	Sample Score
1	Chrysotile,	Chrysotile,	0
2	No Asbestos,	No Asbestos,	0
3	Tremolite, Anthophyllite,	Anthophyllite,	0
4	Amosite,	Amosite,	0

Health & Safety Laboratory
Delia Lomas-Fletcher
 AIMS PT Manager
 Fibres Team : Analytical Sciences Unit



AIMS

Asbestos in Materials Individual Results : Round 052 AIMS Round : Main

For Laboratory Number : █████ Zdravotni Ustav se sidiem v Usti nad Labem

Report Issued : 11/03/2014

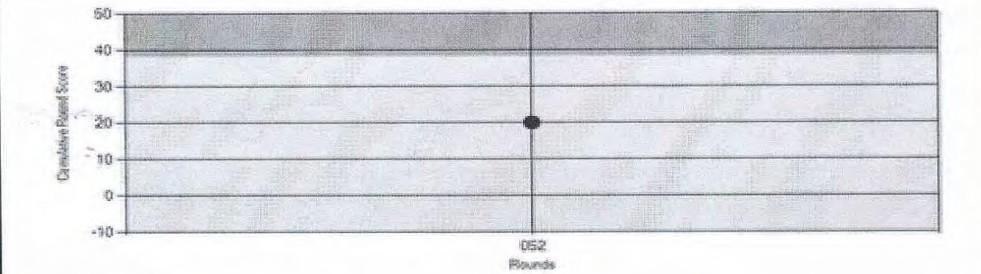
Report No. : 052 /352/4932

Your Performance Score : 20


Your Performance Classification : Satisfactory

Your Score This Round : 0

Sample	Your Result	Assigned Result	Sample Score
1	No Asbestos,	No Asbestos,	0
2	Chrysotile,	Chrysotile,	0
3	Amosite, Chrysotile,	Amosite, Chrysotile,	0
4	Amosite,	Amosite,	0



Health & Safety Laboratory
Delia Lomas-Fletcher
 AIMS PT Manager
 Fibres Team : Analytical Sciences Unit



7 - 8) PT – Proficiency Testing



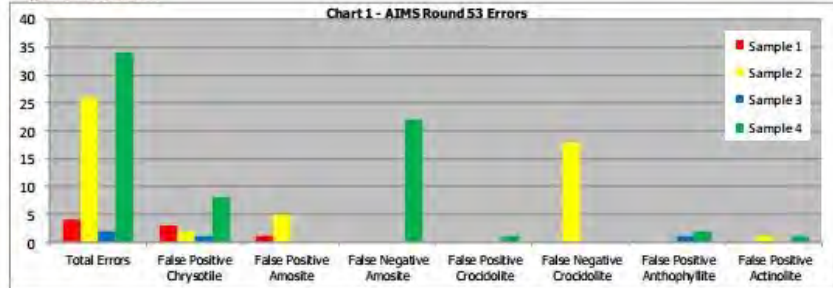
Asbestos In Materials (AIMS) Scheme

Round 53 Sample Details

All samples were prepared for circulation following our normal validation process. The samples for this round of AIMS were scanned using stereo-zoom microscopy to assess homogeneity and suitability for the round. 10% of all samples prepared for the round were analysed and validated by twelve independent laboratories using PLM analytical techniques. All of the validation laboratories identified all of the asbestos components present in the samples. No additional asbestos components were found in any of the 10% of samples that were validated. The majority of errors from round 53 were obtained for Sample 4.

Sample	Validation Number	Product Type	Target Component
1	221	Blue Paper - Manufactured	No Asbestos
2	225	Paint on Board - Manufactured	Crocidolite
3	227	Concrete - Commercial	No Asbestos
4	228	Felt & Bituminous Paint - Manufactured	Amosite

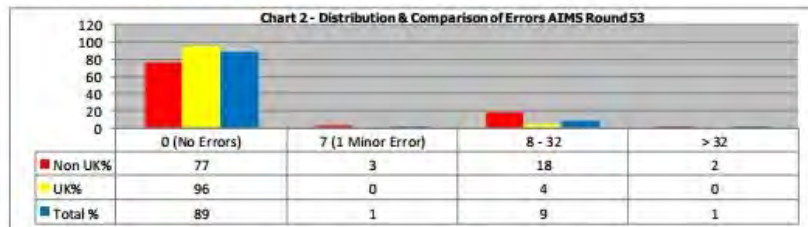
1. Type Of Errors Obtained



False Negative = Component has been missed. False Positive = Component has been incorrectly identified as present.

2. Round Scores

Chart 2 illustrates the distribution of scores for all participating laboratories. 257 (89%) laboratories obtained a score of zero in this round, indicating that these laboratories had not made any errors. The distribution of scores obtained by UK (United Kingdom) and Non-UK laboratories is also compared; 175 (96%) UK laboratories and 82 (77%) Non-UK laboratories obtained a score of zero for the round.



APPENDIX 1

Sample 2 - Total asbestos fibre density (fmm⁻²)

Lab No	Sample	Total Asbestos	RICE	GLMM
7	3 SEM 2	13.3	A	B
7	3 SEM 2	13.8	A	B
139	3 SEM 2	22.0	A	A
139	3 SEM 2	25.0	A	A
300	3 SEM 2	10.0	B	B
807	3 SEM 2	14.8	A	B
807	3 SEM 2	10.9	A	B
818	3 SEM 2	37.2	A	B
1187	3 SEM 2	22.2	A	A
1267	3 SEM 2	26.0	A	A
1267	3 SEM 2	29.0	A	A
1458	3 SEM 2	21.2	A	A
1507	3 SEM 2	16.4	A	A
1575	3 SEM 2	12.1	A	B
1579	3 SEM 2	49.0	A	B
1579	3 SEM 2	43.5	A	B
1579	3 SEM 2	32.5	A	A
1582	3 SEM 2	18.0	A	A
1582	3 SEM 2	19.5	A	A
1592	3 SEM 2	26.0	A	A
1592	3 SEM 2	23.0	A	A
1592	3 SEM 2	23.0	A	A
1620	3 SEM 2	29.0	A	A
1620	3 SEM 2	24.5	A	A
1620	3 SEM 2	24.0	A	A
1628	3 SEM 2	21.4	A	A
1638	3 SEM 2	25.5	A	A
1639	3 SEM 2	17.0	A	A
1640	3 SEM 2	24.9	A	A
1669	3 SEM 2	23.0	A	A
1675	3 SEM 2	22.0	A	A
1680	3 SEM 2	34.0	A	A
1680	3 SEM 2	51.2	B	B
1680	3 SEM 2	36.5	A	B
1684	3 SEM 2	29.0	A	A
1687	3 SEM 2	39.9	A	A
1714	3 SEM 2	21.9	A	A
1715	3 SEM 2	19.8	A	A
1717	3 SEM 2	12.5	A	B
1717	3 SEM 2	15.1	A	A
1717	3 SEM 2	21.4	A	A
1719	3 SEM 2	12.0	A	B

7 - 8) PT – Proficiency Testing



AIHA PAT PROGRAMS



HOME ABOUT US ACCREDITATION



CALA
Proficiency Testing

Canadian Association for Laboratory Accreditation
Building Laboratory Excellence



Bulk Asbestos PAT Program (BAPAT) 2014 ENROLLMENT

BAPAT	Enrollment deadline: 01/24/14	Enrollment deadline: 04/25/14	Enrollment deadline: 07/25/14	Enrollment deadline: 10/15/14
<input type="checkbox"/> Bulk Asbestos	4 sets, beginning with Round 98 <input type="checkbox"/> \$ 2,360	3 sets, beginning with Round 99 <input type="checkbox"/> \$ 1,990	2 sets, beginning with Round 100 <input type="checkbox"/> \$ 1,770	1 set, beginning with Round 101 <input type="checkbox"/> \$ 1,320
TOTAL \$				

A06 – CALA Accreditation Program, Policies and Procedures Revision 1.7 – April 15, 2014

4.6 Air

C09 Metals on Air Filters		a	b	c	d
		\$215	\$260	\$260	\$315
Jan/Jan	Cadmium	(4.0 - 30 µg/HVF)			
47 mm x 2 (quartz)	Copper	(4.0 - 60 µg/HVF)			
No Preservative	Lead	(4.0 - 80 µg/HVF)			
	Zinc	(4.0 - 60 µg/HVF)			

C20 Asbestos*		a	b	c	d
		\$255	\$310	\$310	\$375
Jan/Mar/Jun/Oct	Asbestos				
Slide/Wedge					
No Preservative					

C21 Metals on Air Filters		a	b	c	d
		\$205	\$250	\$250	\$300
Jan/Mar/Jun/Oct	Cadmium	(10 - 25 µg)			
37 mm cellulose ester filter	Chromium	(50 - 200 µg)			
No Preservative	Lead	(25 - 200 µg)			
	Zinc	(75 - 200 µg)			

Rev 1.13

Page 13 of 16

Signed PARTICIPATION AGREEMENT must be submitted with ENROLLMENT FORM
Failure to do so will delay processing your enrollment and may result in your inability to participate in the next scheduled round

Are you currently an AIHA PAT program participant?
 No Yes **IF YES, Participant ID:** _____
 Contact Name: _____
 Organization: _____
 Address: _____
 City: _____
 State/Province: _____
 Zip/Postal Code: _____
 Country: _____
 Telephone: _____
 Fax: _____
 E-mail: _____

Payment Method
 Check: Enclose check for full amount due made payable to AIHA PAT Programs
 Purchase Order: PO# _____
 Credit Card: Submit credit card information using the separate Credit Card Charge Authorization Form
Email your completed form to info.PATLLC@aiha.org
Fax your completed form to +1 703.207.8558
Mail your completed form and payment to the address below.
Questions?
 Call AIHA PAT Programs at +1 703.846.0796.



9) Protokol, Protokol o zkoušce, Report, Zpráva apod.

Vytisknout soubor (Ctrl+P)				
Vyzkoušení ukazatel: IDAZBEST - Identifikace typů azbestu metodou FTIR				
Identifikace metody : SOP 358				
<i>(IR spektra a struktura molekul. Horák, Papoušek, Akademia, Praha 1976, VDI 3866 Part 1, 2)</i>				
Číslo vzorku	Označení (název) vzorku	Výsledek analýzy	P	Akr.
114770/2014	vz. č. 15608	pozitivní	P1	A
114769/2014	vz. č. 15607	pozitivní	P1	A
114768/2014	vz. č. 15606	pozitivní	P1	A

Text k hodnotě ukazatele : FTIR identif. azbest : Ve vzorku č. 114768/2014 identifikován azbest typ chrysotil.
FTIR identif. azbest : Ve vzorku č. 114769/2014 identifikován azbest typ chrysotil.
FTIR identif. azbest : Ve vzorku č. 114770/2014 identifikován azbest typ chrysotil.

Poznámka k analýze : **SOP 358. Identifikace typů azbestu:**
Metoda: Infračervená spektroskopie - FTIR (BRUKER IFS 28, TENZOR 27 (BRUKER GmbH, D)).
Technika: KBr tabl., Single ATR Diamond, Ge (PIKE Inc., U.S.A.).
Standardy: NIST SRM 1866a, IOM Set Asbestos Ref. Minerals.
Mez stanovitelnosti: MS = 0,1% hmot., mez detekce MD = 0,01%hm., navážka vzorku min. 5 mg.

Zkušební laboratoř je úspěšným participantem AIMS (Asbestos in Material Scheme), Round 50, 51, 52, 53, July 2014.
Health and Safety Laboratory, Harpur Hill, Buxton, Derbyshire, SK17 9JN, UK. (114768-114770)

Metody v sloupci Akr.: A - akreditovaná zkouška

Vysvětlivky a zkratky: P, Prac. - pracoviště, SOP - standardní operační postup, ZÚ - Zdrav.ústav se sídlem v Ústí n.L.

Nejistota měření (Nejist.) : Uvedená nejistota nezahnuje nejistotu vzorkování a nevztahuje se na výsledky pod mezí stanovitelnosti.
Výsledky zkoušek jsou uváděny s nejistotou měření vyjádřenou jako rozšířená nejistota s koeficientem rozšíření k=2, což pro normální rozdělení odpovídá pravděpodobnosti pokrytí 95%.

Laboratoř je způsobilá aktualizovat normativní dokumenty identifikující zkušební postupy. Laboratoř má přiznán flexibilní rozsah akreditace. Laboratoř může modifikovat své metody zkoušení, rozšiřovat rozsah zkoušených parametrů a/nebo aplikovat zkoušku na jiný předmět akreditace za předpokladu, že princip měření zůstává zachován.

9) Protokol, Protokol o zkoušce, Report, Zpráva apod.

Označení vzorku zákazníkem: P2
Evidenční kód vzorku: 7432/10

Parametr	Výsledek	SOP	A
přítomnost azbestu	ANO	SOP-53	Ano
druh azbestu	Chrysotil	SOP-53	Ano

Označení vzorku zákazníkem: K1
Evidenční kód vzorku: 7433/10

Parametr	Výsledek	SOP	A
přítomnost azbestu	ANO	SOP-53	Ano
druh azbestu	Krokydolit	SOP-53	Ano

Označení vzorku zákazníkem: O1
Evidenční kód vzorku: 7434/10

Parametr	Výsledek	SOP	A
přítomnost azbestu	ANO	SOP-53	Ano
druh azbestu	Amosit	SOP-53	Ano

Další informace:

Parametry označené „Ano“ v posledním sloupci jsou předmětem akreditace, na parametry označené „Ano“ akreditace nevztahuje.

Tabelle 2: Übersicht der wesentlichen Untersuchungsergebnisse

Proben ID	Streckenabschnitt [m]	Tiefe [cm]	Masse Untersuchungsprobe [g]	Anzahl Asbest-Produkte [Stück]	Masse Asbest-Produkte [mg]	Masse Asbest-Produkte [%]	Masse Asbest [%]	Asbest-Art	Asbest-Bindung
Weg 1 "Neuhaus - Graal Müritz"									
25	0 - 3.100	0 - 31	3.362,8	0	0	0,000	< 0,008	-	-
Weg 2 "Dünenweg"									
1	0 - 174	0 - 2	1.719,8	13	50.682	2,947	0,442	Chrysotil	fest: AZ
2	0 - 174	2 - 28	2.152,2	4	38.044	1,768	0,265	Chrysotil	fest: AZ schwach: Sokalit
3	174 - 348	0 - 2	2.387,0	32	151.375	6,342	0,951	Chrysotil	fest: AZ
4	174 - 348	2 - 23	2.406,8	3	10.567	0,439	0,066	Chrysotil	fest: AZ schwach: Sokalit
5	348 - 522	0 - 2	2.165,2	11	49.606	2,291	0,344	Chrysotil	fest: AZ
6	348 - 522	2 - 34	2.534,9	1	11.618	0,458	0,069	Chrysotil	fest: AZ
Weg 3 "Hochhass"									
7	0 - 78	0 - 2	2.060,6	> 63	> 354.008	> 17,180	> 2,577	Chrysotil	fest: AZ
8	0 - 78	2 - 18	2.714,9	> 102	> 338.172	> 12,456	> 1,868	Chrysotil	fest: AZ
9	78 - 156	0 - 2	2.017,0	-	0	0,000	< 0,008	-	-
10	78 - 156	2 - 22	2.403,0	-	0	0,000	< 0,008	-	-
11	156 - 234	0 - 2	2.550,8	9	24.523	0,961	0,144	Chrysotil	fest: AZ
12	156 - 234	2 - 17	2.787,6	-	0	0,000	< 0,008	-	-
13	234 - 312	0 - 2	2.541,8	1	256	0,010	0,002	Chrysotil	fest: AZ
14	234 - 312	2 - 25	2.705,4	-	0	0,000	< 0,008	-	-
15	312 - 390	0 - 2	2.273,3	-	0	0,000	< 0,008	-	-
16	312 - 390	2 - 29	3.067,5	1	12.573	0,410	0,061	Chrysotil	fest: AZ
17	390 - 468	0 - 2	2.837,2	1	3.066	0,108	0,016	Chrysotil	fest: AZ
18	390 - 468	2 - 21	3.069,9	-	0	0,000	< 0,008	-	-
19	468 - 566	0 - 2	2.259,0	1	7.591	0,336	0,050	Chrysotil	fest: AZ
20	468 - 566	2 - 28	3.115,5	2	18	0,001	0,0002	Amosit	fest: AZ schwach: Promabest
21	566 - 705	0 - 2	2.310,8	-	0	0,000	< 0,008	-	-
22	566 - 705	2 - 33	2.840,2	-	0	0,000	< 0,008	-	-
23	705 - 740	0 - 2	1.357,1	2	12.207	0,899	0,135	Chrysotil	fest: AZ
24	705 - 740	2 - 17	2.562,5	1	9.590	0,374	0,056	Chrysotil	fest: AZ
Weg 4 "Nienhagen - Althagen"									
26	0 - 950	0 - 38	3.368,3	-	0	0,000	< 0,008	-	-
Weg 4/1 - 4/3 "Althagen - Born"									
27	0 - 6.000	0 - 25	3.305,5	-	0	0,000	< 0,008	-	-
Weg 5 "Born - Bliesenrade"									
28	0 - 1.300	0 - 25	3.398,6	-	0	0,000	< 0,008	-	-
Weg 6.1 - 6.2 "Bliesenrade - Wieck a.D."									
29	0 - 2.000	0 - 22	2.920,9	-	0	0,000	< 0,008	-	-

Erläuterung: fest: AZ – fest gebundene Asbestzementprodukte im Sinne der TRGS 519 Nr. 2.12,
schwach: – schwach gebundene Asbestprodukte im Sinne der TRGS 519 Nr. 2.11

9) Protokol, Protokol o zkoušce, Report, Zpráva apod.

TEST REPORT

- 34 - VDI 3492

Alle Rechte vorbehalten © Verein Deutscher Ingenieure e.V., Düsseldorf 2013

"Project title"

Sampling	
Date: "Date of sample collection"	Sample volume: 3,8 m ³
Measurement number: "Number"	Sampling duration: 8 h
Sampling apparatus: "Type"	Effective filter area: 380 mm ²
Type of measurement: "....."	
Location: "Description of the sampling location"	
Air sampling by:	

Analysis in the SEM			
Scanning electron microscope: "Type of SEM"			
Analysis system: "Type of EDXA"		Magnification: 2 000 x	
Filter area analysed: 1 mm ²		Number of image fields examined: 100	
Image field area: 0,01 mm ²		Number of image fields rejected: 5	
Number of rejected:	Bundles: 1	Clusters: 0	Matrices: 2
Number of fibres without spectrum: 4		Micrograph Numbers: 456, 457, 458	

Results			
Fibre classification	Number of fibres counted	Fibre concentration (fibres/m ³)	
		Mean	Poissonian 95 % confidence interval
Amphibole	6	600	220 to 1 310
Chrysotile	3	300	60 to 880
Total asbestos	9	900	410 to 1 710
Other inorganic	15	1 500	840 to 2 470
Calcium sulfate	8	800	— —

Sampling and analysis performed in accordance with ISO 14966.

Detection of one fibre corresponds to a concentration of 100 fibres/m³.

Result of the measurements according to VDI 3492			
Project:			
Sampling			
Date:	date	Sample volume:	3,84 m ³
Sample number:	number	Sampling duration:	8 h
Sampling apparatus:	type	Effective filter area:	380 mm ²
Type of measurement:	final clearance air monitoring		
Location:	description		
Analysis			
SEM:	type		
EDXA:	type		
Image field area:	0,01 mm ²	Number of image fields examined:	100
Magnification:	2000	Filter area analysed:	1 mm ²
Results			
Fibre type	Number of fibres counted	Fibre number concentration in m ⁻³	95 % confidence interval in m ⁻³
Asbestos	3	300	60 to 860
• amphibole asbestos	3	300	60 to 860
• chrysotile	0	<100	0 to 290
Calcium sulphate (gypsum)	5	490	—
Other inorganic fibres	4	400	90 to 1010
• product fibres	1	100	0 to 550

Figure 10. Example of a test report

The test report shall include at least the following information:

- reference to this International Standard;
- identification of the sample;
- the date, time and location of the air sample collection, and all necessary sampling data, including the volume of air sampled, the sampling time and the effective diameter of the sample collection filter;
- the analysed air volume;
- the analytical sensitivity;
- the number of fibres in each of the fibre classifications detected during the SEM examination, and their calculated numerical concentrations.

It is recommended that the upper and lower 95 % confidence limits be reported for the fibres classified as asbestos and those classified as other inorganic fibres. An example of a test report is shown in Figure 11.

Císlo vzorky
Objednávky
Príjem vzorky
Dátum odberu
Kód vzorky

743302 / 2 Gaz/Air
SET 201002
07.05.2010
06.05.2010
SET 03

9) Co bych nebral jako Protokol, Protokol o zkoušce, Report, Zpráva apod.

Jednotka	Výsledek	Limit podľa detekcie	Limit by law / podľa zákona	Metóda	
Koncentrácia azbestu					
Azbest celkom	vlákien/m ³	0	0	1000	VDI 3492 REM/EDXA
Azbest Amfibol	vlákien/m ³	0	0		VDI 3492 REM/EDXA
Azbest Chrysotil	vlákien/m ³	0	0		VDI 3492 REM/EDXA
Koncentrácia iných vlákien					
Calcium sulphate	vlákien/m ³	99	0		VDI 3492 REM/EDXA
Iné anorganické vlákna	vlákien/m ³	99	0		VDI 3492 REM/EDXA
Azbestové vlákna (napocítané vlákna)					
Azbest celkom	vlákien/mm ²	0,0	0		VDI 3492 REM/EDXA
Azbest Amfibol	vlákien/mm ²	0,0	0		VDI 3492 REM/EDXA
Azbest Chrysotil	vlákien/mm ²	0,0	0		VDI 3492 REM/EDXA
Iné vlákna (napocítané vlákna)					
Calcium sulphate	vlákien/mm ²	1,0	0		VDI 3492 REM/EDXA
Iné anorganické vlákna	vlákien/mm ²	1,0	0		VDI 3492 REM/EDXA
Iné analýzy					
Hodnotená filtračná plocha	mm ²	1,0	0		VDI 3492 REM/EDXA
Zväčšenie	-krát	2000	0		VDI 3492 REM/EDXA
Detekčný limit	vlákien/m ³	296	0		
Poissonova hodnota	vlákien/m ³	296	0		
Objem vzduchu	m ³	3,84	0		



4. Results / Výsledok

The results are included in the following table / Výsledky sú uvedené v nasledujúcej tabuľke:

ref. VE	ref. Customer /označenie zákazníka	Résult in fibers/ m ³ / Výsledek v počte vlákien / m ³
SET 02	SET 02	198
SET 03	SET 03	0

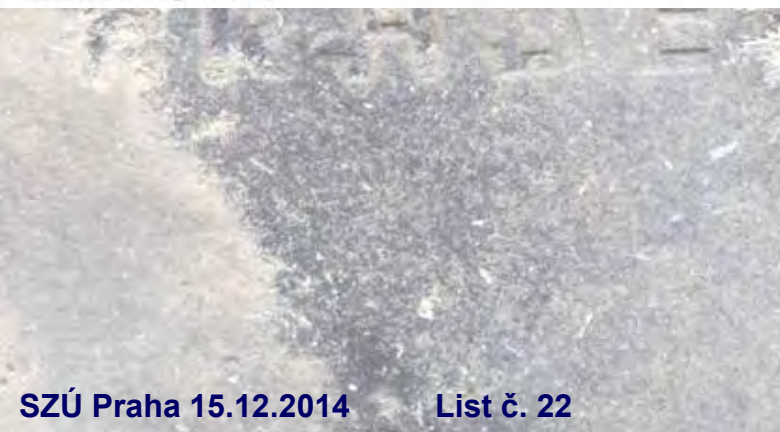
5. Conclusions / Závery

The measurement of the asbestos fiber concentration in the air by SEM, allows us to the conclusion that two asbestos fibers were found on filter **SET 02** (detection limit = 297 fibers/m³) and zero asbestos fibers were found on filters **SET 03** (detection limit = 296 fibers/m³).

/ Merania koncentrácie azbestových vlákien vo vzduchu pomocou SEM dovoľujú zhrnúť, že na filtri SET 02 boli nájdené 2 azbestové vlákna (detekčný limit = 297 vlákien / m³) a na filtri SET 03 bolo nájdených 0 azbestových vlákien (detekčný limit = 296 vlákien / m³).

The result on filters **SET 02** and **SET 03** is below the 1000 fibres/m³ as prescribed by WHO.
/ Tieto výsledky na filtroch SET 02 a SET 03 sú pod 1000 vlákien/m³ ako predpisuje WHO.

The results cannot be compared with the optical values.
/ Tieto výsledky nie je možné porovnať s optickými hodnotami.



9) Protokol, Protokol o zkoušce, Report, Zpráva apod.

Co musí obsahovat:

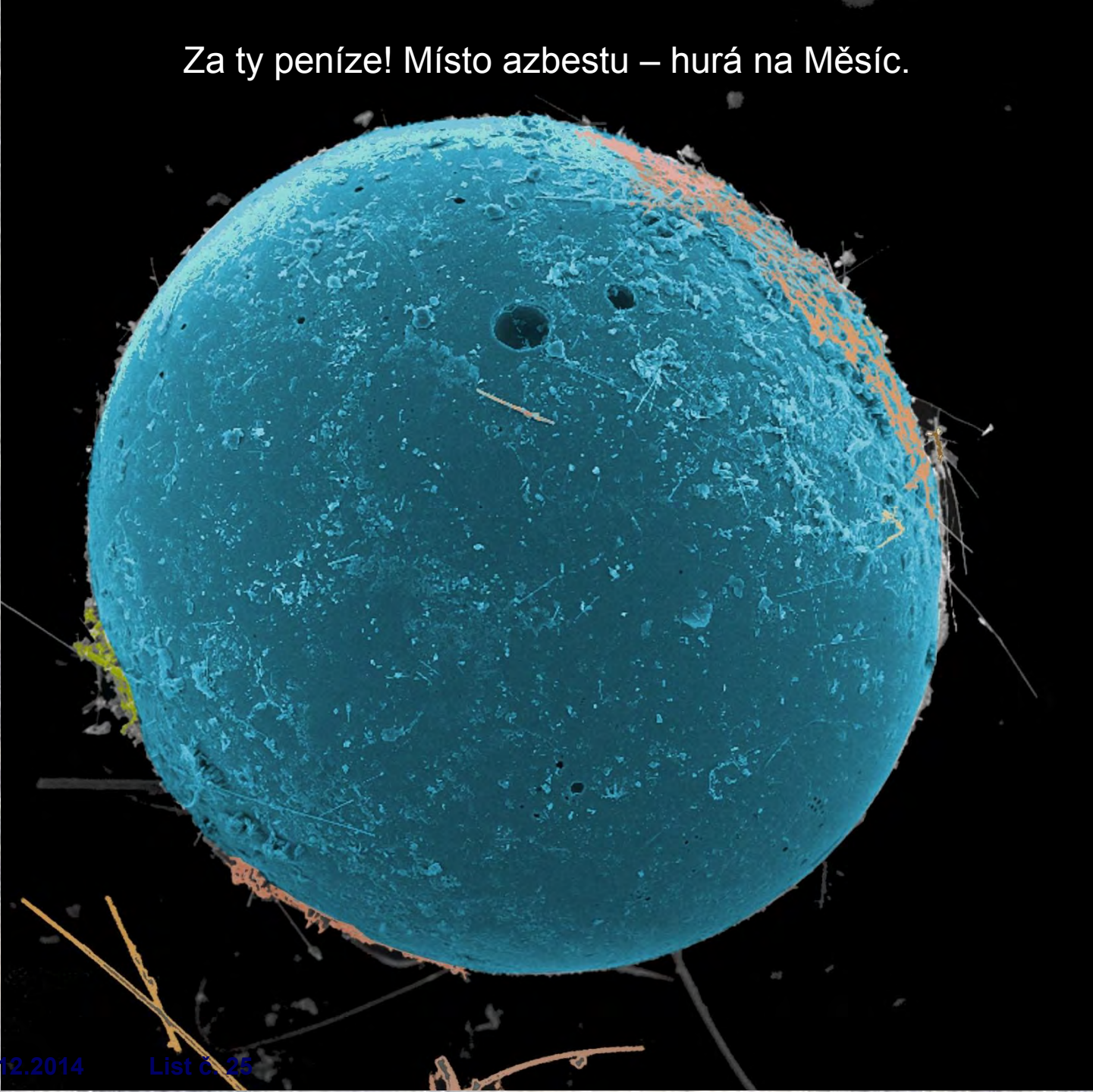
- 1) Odkaz na mezinárodní předpisový standard, SOP apod.**
- 1) Identifikace vzorku.**
- 2) Datum, čas a podmínky vzorkování. Odebraný objem vzdušiny, efektivní plochu filtru.**
- 3) Analytickou citlivost metody. Detekční limit.**
- 4) Počet vláken jednotlivých typů a jejich vypočítanou koncentraci. Identifikaci.**
- 5) Vhodné je uvádět spodní a horní hodnotu konfidenčního intervalu pro azbestová vlákna.**
- 6) Nejistota stanovení - měření**

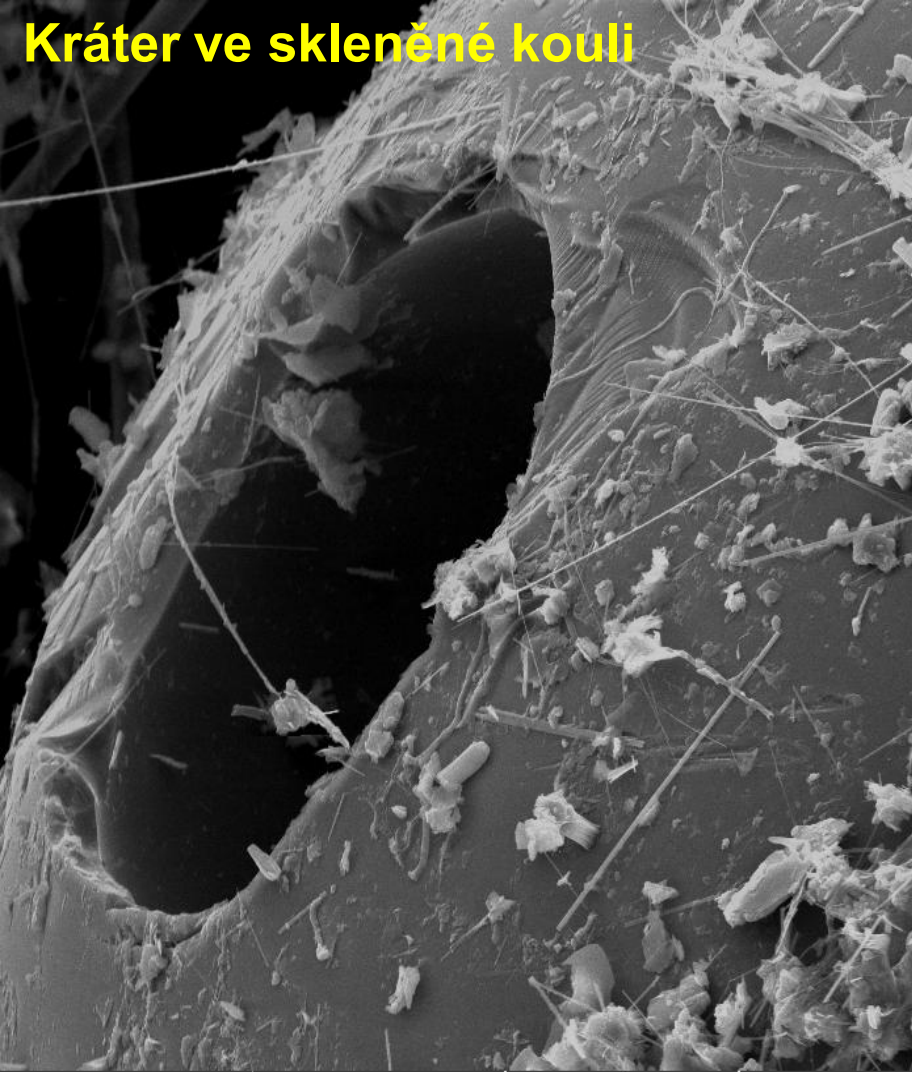
10) **Akreditace** – dnes už samozřejmé, základní požadavky jsou dohledatelnost všech údajů o analýze od příjmu do laboratoře po výstupní protokol, metrologická návaznost, PT, archivace

11) **Personál** – **nejdůležitější článek celého procesu praxe** (zkušenosti, musí to být „vykoukáno“ a mít za sebou pěknou řádku vzorků)
školení (kde se dá)
neustálé učení (novinky, zvládat techniky přípravy vzorků a techniky analýz, administrativu a protokoly)
ovládat instrumentaci, software
zastupitelnost, flexibilita

12) **Čistota, dekontaminace** instrumentální techniky, čištění prostoru mikroskopu, dodržování zásad práce s vakuovou technikou atd.

Za ty peníze! Místo azbestu – hurá na Měsíc.





Kráter ve skleněné kouli



Skleněná kapka mezi vlákny

SEM HV: 25.0 kV	WD: 14.45 mm		VEGA3
View field: 216 μm	Det: SE + BSE	50 μm	
SEM MAG: 1.32 kx	Date(m/d/y): 01/24/14	Homola Petr Ing., ZU Usti n/L, ZL Hradec Kralov	

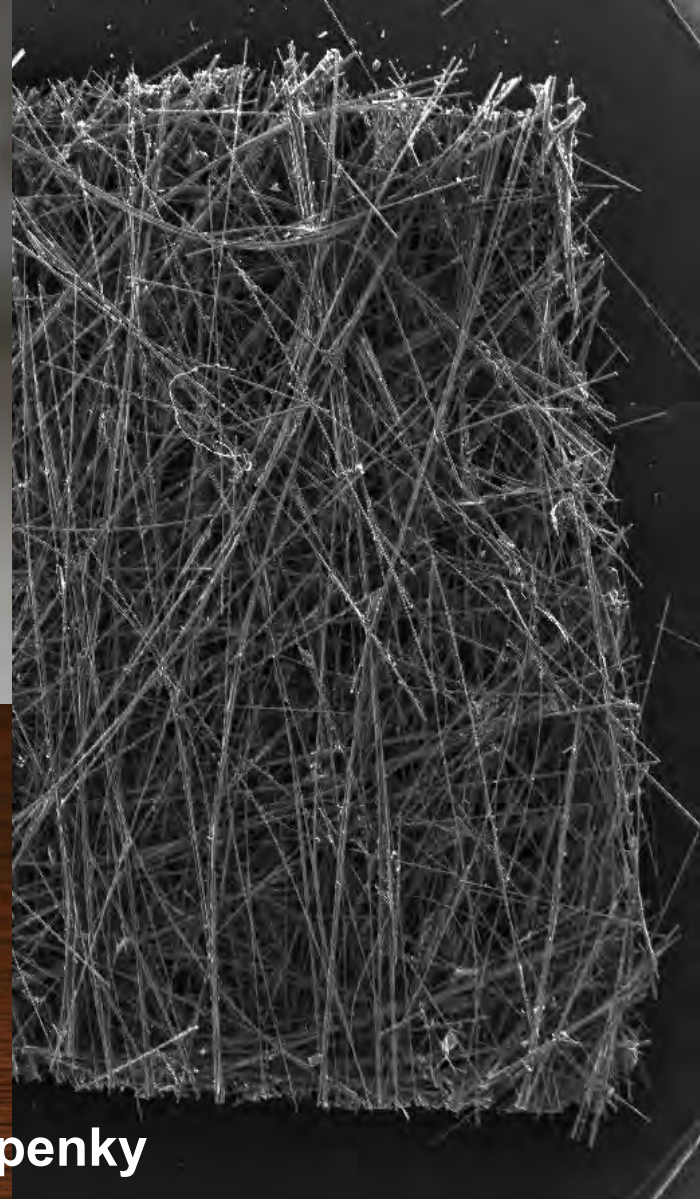
VAL219_Sample04
Homola Petr Ing.

SEM HV: 25.0 kV	WD: 14.85 mm		VEGA3 TESCAN
View field: 643 μm	Det: SE + BSE	100 μm	
SEM MAG: 442 x	Date(m/d/y): 01/24/14	Homola Petr Ing., ZU Usti n/L, ZL Hradec Kralove	

VAL219_Sample04
Homola Petr Ing.



Vrstvy navařené asfaltové lepenky



Sít'ovina z asfaltové lepenky



: 14.80 mm		VEGA3 TESCAN
Det: SE	2 mm	
/d/y): 10/01/14	Homola Petr Ing., ZU Usti n/L, ZL Hradec Kralove	

Sít'ovina z asfaltové lepenky



SEM HV: 22.0 kV

WD: 14.96 mm

VEGA3 TESCAN

View field: 94.6 μm

Det: SE + BSE

20 μm

SEM MAG: 3.01 kx

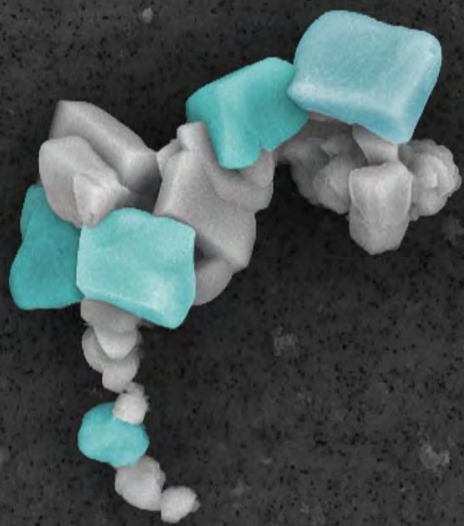
Date(m/d/y): 10/29/14

Homola Petr Ing., ZU Usti n/L, ZL Hradec Kralove

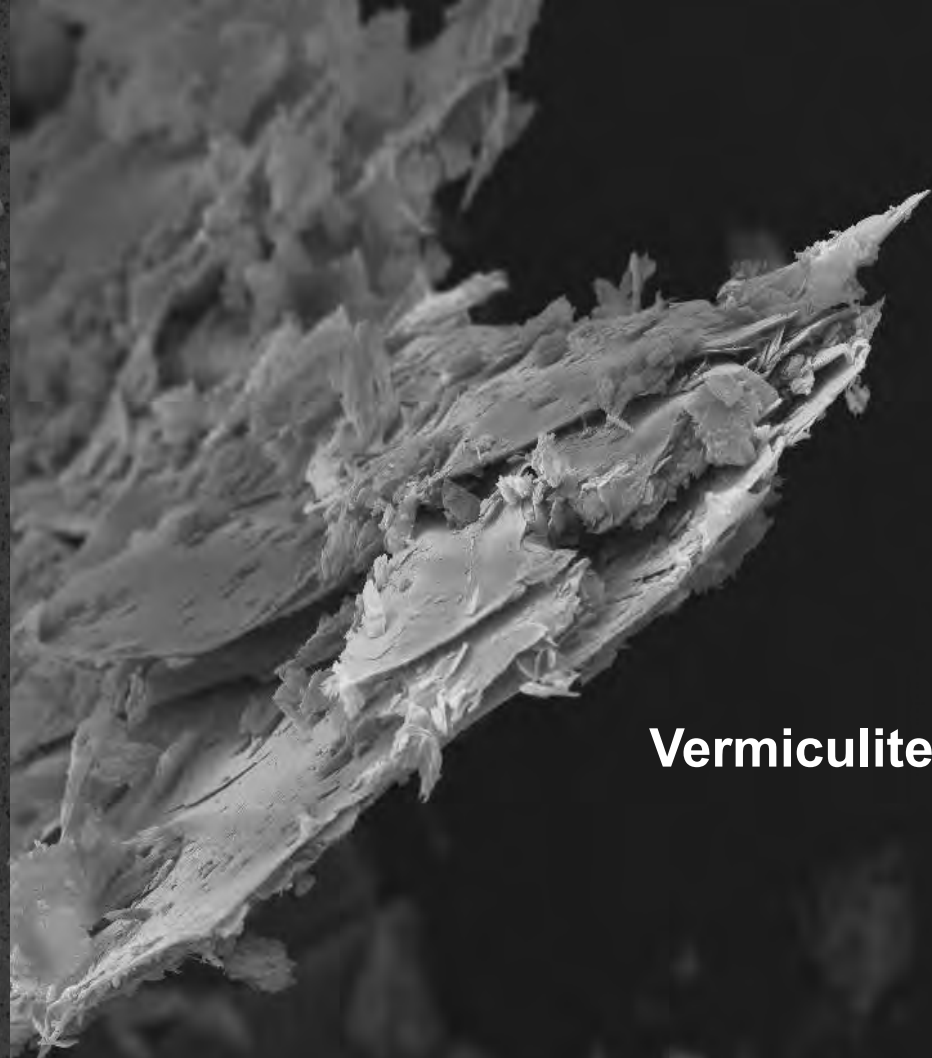
Azbestové – chryzotilové vlákno na povrchu membránového filtru.

Optický mikroskop JenaPol s PC a POL, horní osvit, polarizace, zvětšení 500x, CCD cam. 5Mp.





Pátrání po azbestu v pitné vodě



Vermiculite

SEM HV: 25.0 kV	WD: 14.94 mm	
View field: 117 µm	Det: SE + BSE	20 µm
SEM MAG: 2.43 kx	Date(m/d/y): 03/26/14	Homola Petr Ing., ZU Usti n/L, ZL Hradec

VE SEM HV: 22.0 kV	WD: 15.06 mm		VEGA3 TESCAN
View field: 159 µm	Det: SE + BSE	20 µm	
SEM MAG: 1.79 kx	Date(m/d/y): 10/10/14	Homola Petr Ing., ZU Usti n/L, ZL Hradec Kralove	

25202_2014_azbest_voda_KHS

Homola Petr Ing.

Vermiculite_2014

Homola Petr Ing.



Keramická „jehlice“

SEM HV: 25.0 kV	WD: 14.50 mm		VEGA3 TESCAN
View field: 88.7 µm	Det: SE + BSE	20 µm	
SEM MAG: 3.21 kx	Date(m/d/y): 11/15/13	Homola Petr Ing., ZU Usti n/L, ZL Hradec Kralove	

39615_2013_KERVL

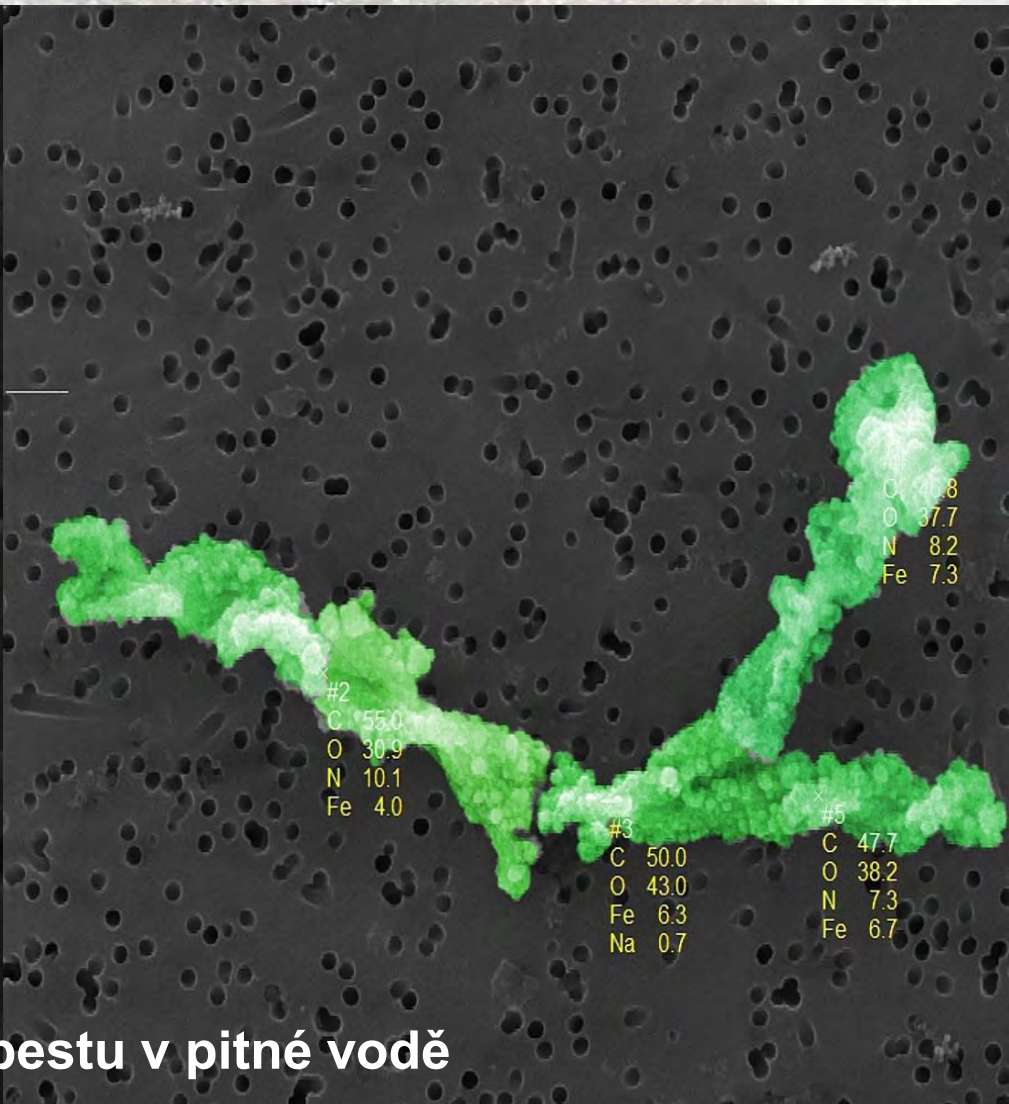
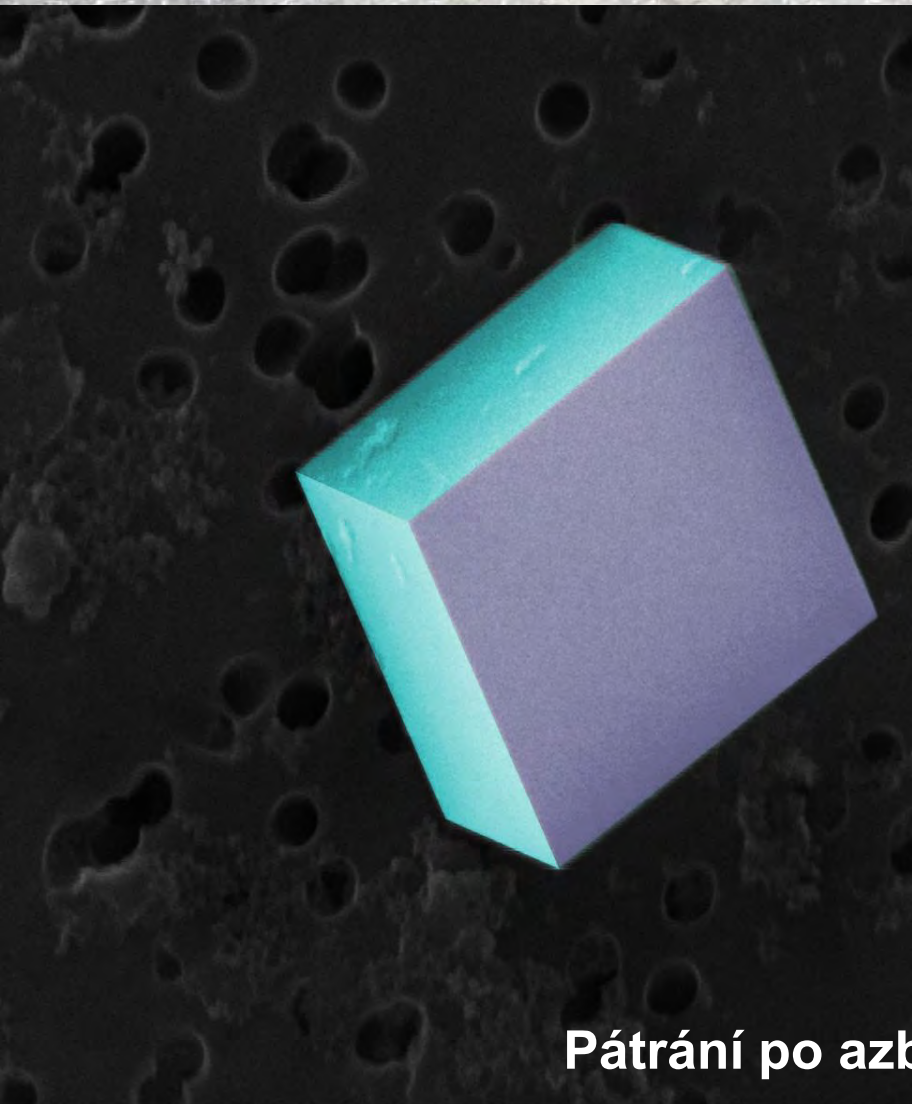
Homola Petr Ing.



**Kalibrační standard na kovy,
uprostřed měřítko**

SEM HV: 25.0 kV	WD: 15.00 mm		VEGA3 TESCAN
View field: 11.0 mm	Det: SE + BSE	2 mm	
SEM MAG: 26 x	Date(m/d/y): 11/19/13	Homola Petr Ing., ZU Usti n/L, ZL Hradec Kralove	





Pátrání po azbestu v pitné vodě

SEM HV: 30.0 kV	WD: 14.99 mm		VEGA3
View field: 8.71 µm	Det: SE + BSE	2 µm	
SEM MAG: 32.7 kx	Date(m/d/y): 03/26/14	Homola Petr Ing., ZU Usti n/L, ZL Hradec Kralov	

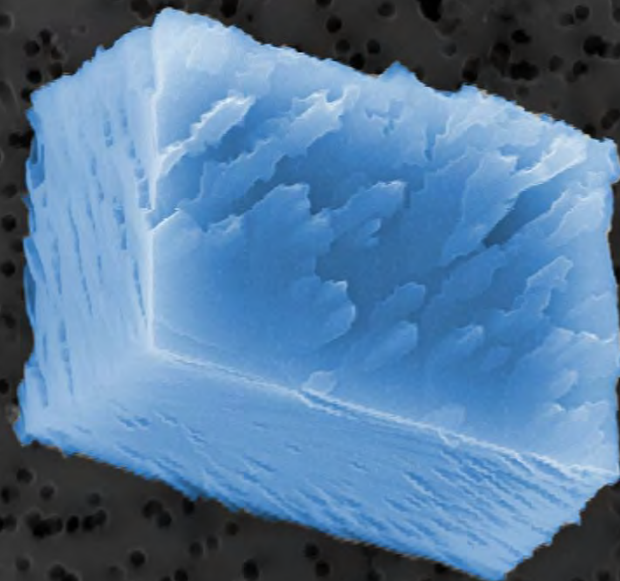
SEM HV: 25.0 kV	WD: 14.63 mm		VEGA3 TESCAN
View field: 25.8 µm	Det: SE + BSE	5 µm	Homola Petr Ing., ZU Usti n/L, ZL Hradec Kralov

25202_2014_azbest_voda_KHS

Homola Petr Ing.

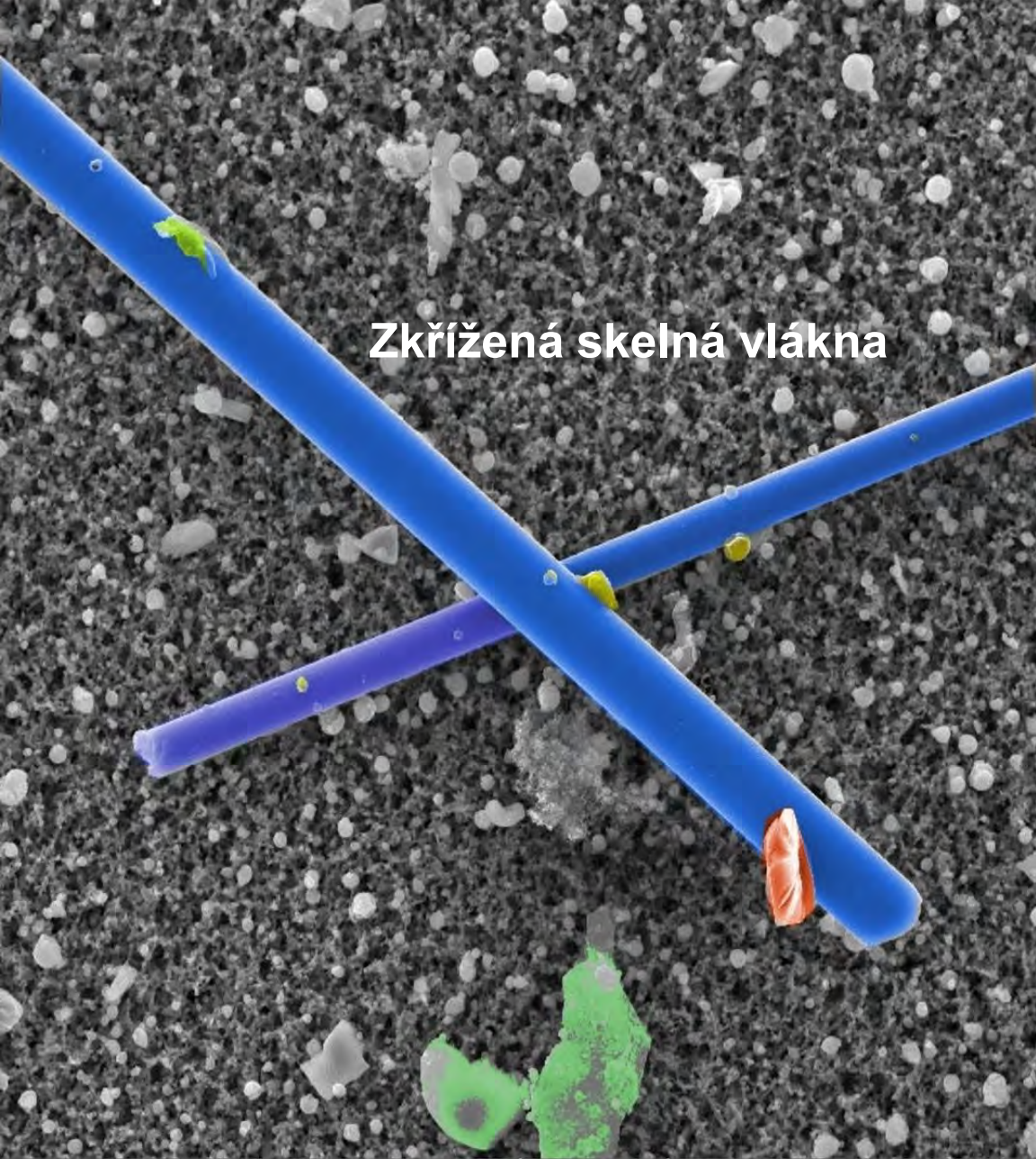
SZÚ Praha 12.1.2015

List č. 32

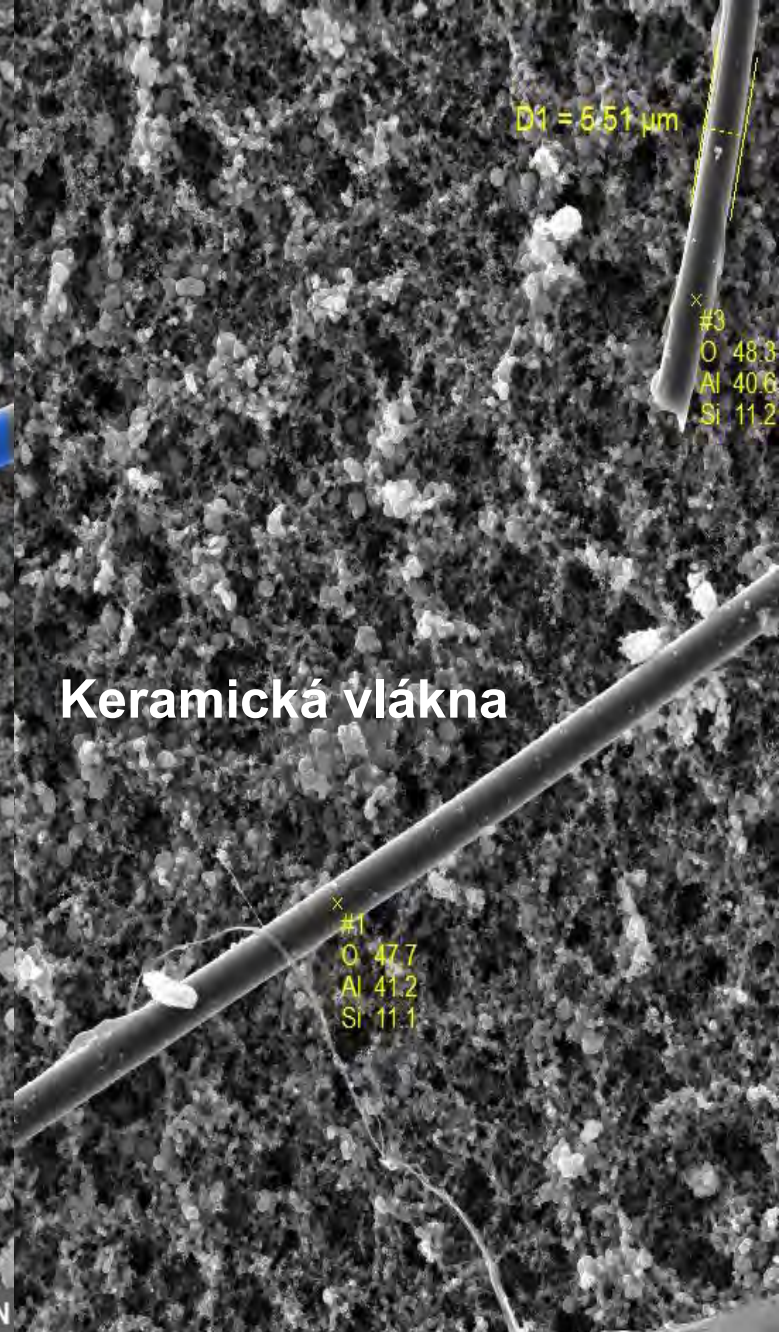


Pátrání po azbestu v pitné vodě

SEM HV: 22.0 kV	WD: 14.77 mm		VEGA3 TESCANIV: 22.0 kV	WD: 14.97 mm		VEGA3 TESCAN
View field: 58.3 µm	Det: SE + BSE	10 µm	Id: 26.3 µm	Det: SE + BSE	5 µm	
SEM MAG: 4.88 kx	Date(m/d/y): 04/09/14	Homola Petr Ing., ZU Usti n/L, ZL Hradec Kralove	AG: 10.8 kx	Date(m/d/y): 04/09/14	Homola Petr Ing., ZU Usti n/L, ZL Hradec Kralove	
30210_2014_azb_KHS Homola Petr Ing.			14_azb_KHS Petr Ing.			



Zkřížená skelná vlákna



Keramická vlákna

D1 = 5.51 μm

x
#3
O 48.3
Al 40.6
Si 11.2

x
#1
O 47.7
Al 41.2
Si 11.1

Keramická vlákna na MC - membránovém filtru



SEM HV: 25.0 kV

WD: 5.04 mm

VEGA3 TESCANmm

VEGA3 TESCAN

View field: 120 μ m

Det: SE + BSE

20 μ m

BSE

500 μ m

SEM MAG: 2.38 kx

Date(m/d/y): 08/27/12

Homola Petr Ing., ZU Usti n/L, ZL Hradec Kralove

08/27/12

Homola Petr Ing., ZU Usti n/L, ZL Hradec Kralove

Vlákna chryzotilu v asfaltové lepence po separaci z organické matrice



SEM HV: 22.0 kV	WD: 14.26 mm	
View field: 809 µm	Det: SE + BSE	200 µm
SEM MAG: 351 x	Date(m/d/y): 12/08/14	Homola Petr Ing., ZU Usti n/L, ZL Hradec Kr.

126107_2014_lepenka
Homola Petr Ing.

VEGA SEM HV: 22.0 kV	WD: 14.62 mm		VEGA3 TESCAN
View field: 631 µm	Det: SE + BSE	100 µm	
SEM MAG: 450 x	Date(m/d/y): 12/08/14	Homola Petr Ing., ZU Usti n/L, ZL Hradec Kralove	

126107_2014_lepenka
Homola Petr Ing.

B: Kvantifikace azbestu

1) Kvantita vyjádřená jako počet vláknitých částic (definovaných jako respirabilní nebo nerespabilní vlákna) v objemové jednotce vzdušiny tj. resp. **vl./cm³**, resp. **vl./m³** nebo v plošných jednotkách při odsání jako počet **vl./cm²** nebo ve vodě jako **vl./dm³** resp. **vl./l.**

2) Kvantita vyjádřená jako %hmot. nebo mg-g/kg v nějakém materiálu (např. vláknito-cementová deska, trubka, hornina), prachu (sedimentovaný prach, práškové materiály všeobecně).

B: 1) Kvantifikace azbestu – početní koncentrace resp. vláken v ovzduší

Zachycení vláknité částice na plochu filtru je náhodná událost.
Tři předpoklady tzv. „náhodné události“:

a) Náhodná událost nenastává příliš často, nenastává na jediné plošce – přesněji řečeno, musí být možné rozdělit **rozdělit plochu na drobné části o stejné ploše**, a že **pravděpodobnost, že v jedné malé plošce nastanou více než dva výskyty dané události, je rovna nule.**

Například se jedná o –

narození dítěte v jisté porodnici
příchod emailu na jistou adresu
příchod zákazníka do fronty v supermarketu.

U těchto událostí se může stát, že dojde ke dvěma výskytům této události blízko za sebou; ALE průměrně musí docházet k tomu, že v intervalu krátké délky nastane nanejvýš jeden (nebo spíše žádný) výskyt daného typu události. Jinak matematické popisy, o kterých budeme dnes mluvit, nebudou odpovídat reálným hodnotám dané veličiny.

b) Náhodná událost má vlastnost „zapomnětlivosti“ – výskyt této události nezávisí na minulých výskytech.

To znamená, že výskyt náhodné události je stejně **pravděpodobný na té nebo oné malé plošce** bez ohledu jakou z celkové plochy filtru vyberu.

c) Náhodný výskyt události je generován na základě velkého počtu zdrojů (v ideálním případě až nekonečně velkého počtu – zkrátka dostatečně velkého počtu).

Musím měřit v místnosti – prostředí s dostatečnou kubaturou a zdrojem vláken ne v krabici od bot.

Například - příchod zákazníka do supermarketu v Praze. Potenciální zdroj lidí, kteří by totiž mohli každý den do supermarketu přijít, je v řádu deseticí, možná statisíců. Na druhé straně, příchod zákazníka do samoobsluhy ve vesmírné orbitální stanici, kde je všehovšudy pět lidí, lze také matematicky popsat – ovšem jinými prostředky, než bude uvedeno dále.

Poissonovo rozdělení pravděpodobnosti

Poissonovo rozdělení je levostranně nesymetrické, diskrétní, nachází uplatnění u tzv. řídkých jevů (počet vad, počet zameškaných dnů) jak v technologii, tak v konstrukci nebo v oblasti ekonomických jevů.

Pravděpodobnost, že za jednotku času nebo na jednotce ploše nastane X událostí. Lze odvodit, že veličinu X můžeme popsat **pravděpodobnostní funkcí**

$$P(X = k) = \lambda^k / k! \cdot e^{-\lambda} \text{ pro } k = 0, 1, 2, \dots X$$

Dále lze odvodit dosazením těchto pravděpodobnostních hodnot $p(k)$ do příslušných vzorců, že $EX = \lambda$, $DX = \lambda$. (a to je na tomto Poissonově rozdělení pravděpodobnosti zajímavé – ze všech známých rozdělení je jediné, u kterého střední hodnota a rozptyl jsou stejné).

Pro **distribuční funkci** $F(x)$ veličiny X pak platí

$$F(x) = \sum_{k < x} p(k).$$

Poissonovo rozdělení pravděpodobnosti

Poissonovo rozdělení pravděpodobnosti – patří mezi diskrétní rozdělení, má jeden parametr λ , kde ($\lambda > 0$) (vyjadřuje počet výskytů události za jednotku času nebo na ploše). Pro toto rozdělení platí:

$$P(X = k) = \frac{\lambda^k}{k!} \cdot e^{-\lambda} \quad E(X) = \lambda \quad D(X) = \lambda$$

Příklad: Na čerpací stanici přijede průměrně 10 zákazníků za hodinu. Určete za předpokladu, že se počet zákazníků přijíždějících na pumpu za hodinu řídí Poissonovým rozdělením pravděpodobnosti, následující pravděpodobnosti:

1. na čerpací stanici přijede právě 6 zákazníků za hodinu,
2. na čerpací stanici nepřijede ani jeden zákazník za hodinu,
3. na čerpací stanici přijede alespoň 11 zákazníků za hodinu, maximálně ale 15 zákazníků za hodinu.

Ze zadání víme, že parametr rozdělení $\lambda = 10$ zák./hod. Můžeme tedy stanovit jednotlivé pravděpodobnosti:

ad 1) $P(X = 6) = \frac{10^6}{6!} \cdot e^{-10} = 0,063$

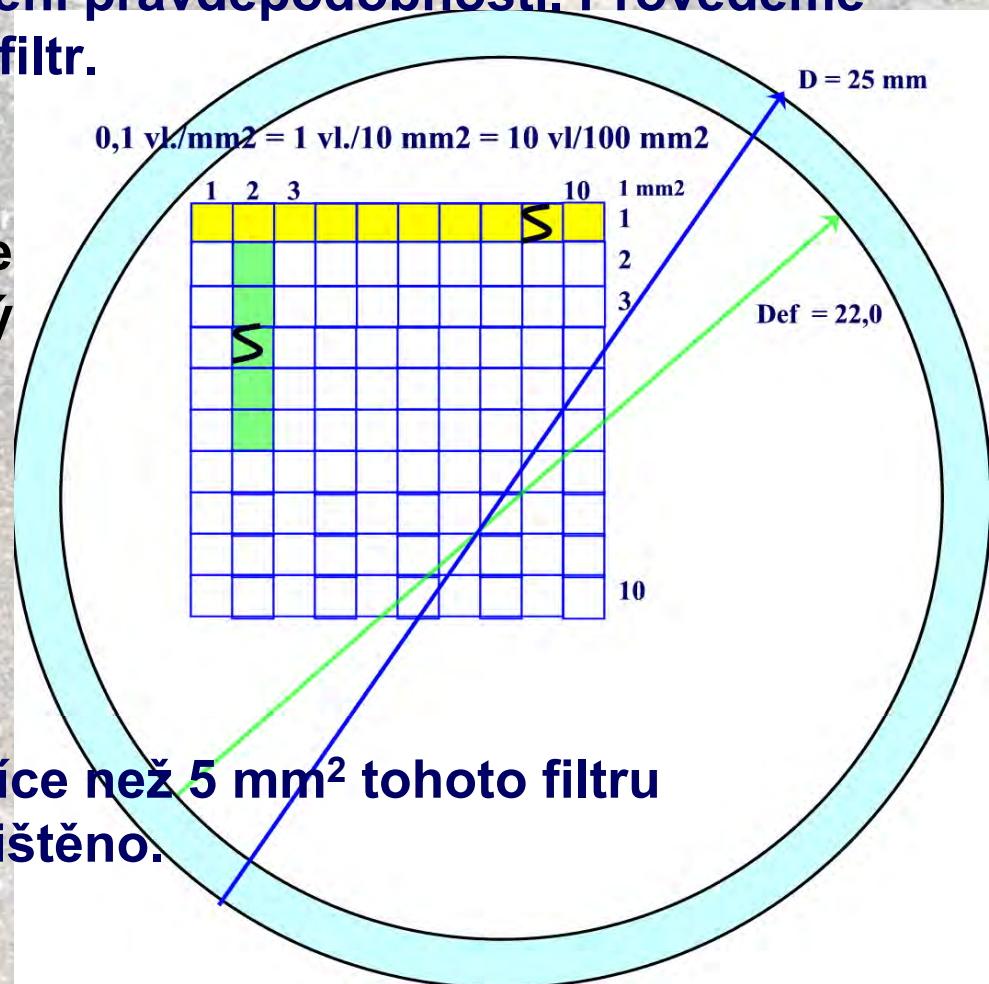
ad 2) $P(X = 0) = \frac{10^0}{0!} \cdot e^{-10} = 0,000045$

ad 3) $P(11 \leq X \leq 15) = \sum_{k=11}^{15} \frac{\lambda^k}{k!} \cdot e^{-\lambda} = e^{-10} \cdot \left(\frac{10^{11}}{11!} + \frac{10^{12}}{12!} + \frac{10^{13}}{13!} + \frac{10^{14}}{14!} + \frac{10^{15}}{15!} \right) = 0,368$

Příklad:

Počet znečišťujících částic v ovzduší při likvidaci materiálu s azbestem má Poissonovo rozdělení pravděpodobnosti. Provedeme odběr vzdušiny na membránový filtr.

Průměrný počet vláknitých částic na jeden milimetr čtverečný filtru je 0,1 (tj. průměrně je znečištěn každý desátý čtverečný milimetr). Plocha membránového filtru je zvolena (pro jednoduchost) 100 mm².



Určete pravděpodobnost, že více než 5 mm² tohoto filtru bude znečištěno.



Úkol: Máme tedy určit pravděpodobnost, že více než 5 mm² tohoto filtru bude znečištěno.

Řešení: v tomto příkladu máme jednotku plochy, a sice 1 mm². Je také zadán průměrný počet výskytů znečištění na tuto jednotku, a sice 0,1 vl. znečištěný milimetr čtv. Tuto hodnotu si můžeme přepočítat na rozumnou: pokud jednotka plochy je 100 mm², tak průměrný počet znečištěných milimetrů čtverečných na tuto jednotku je $\lambda = 10$. Pak můžeme psát:

$$\begin{aligned} P(X > 5) &= p(6) + p(7) + p(8) + \dots = \\ &= 1 - p(0) - p(1) - p(2) - p(3) - p(4) - p(5) = \\ &= 1 - e^{-10}(10^0/0! + 10^1/1! + 10^2/2! + 10^3/3! + 10^4/4! + 10^5/5!) = \\ &= \mathbf{0,932914} \end{aligned}$$

z toho vyplývá cca 93%-ní pravděpodobnost výskytu znečištění 5 mm² filtru.

Pro reakcion efektom' plochu filtra
pak plati': $S_f = 380 \text{ mm}^2$

pri $0,1 \text{ ml}/1 \text{ mm}^2 \Rightarrow 38 \text{ ml}/380 \text{ mm}^2$

$$\lambda_i = 38$$

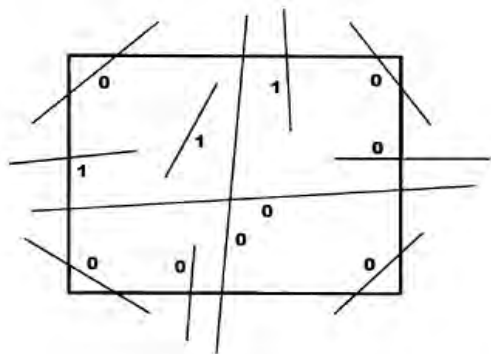
$$P(X > 5) = 1 - e^{-38} \left(\frac{10^0}{0!} + \frac{10^1}{1!} + \frac{10^2}{2!} + \frac{10^3}{3!} + \frac{10^4}{4!} + \frac{10^5}{5!} \right) =$$

$$= 1 - e^{-38} (1 + 10 + 50 + 166,67 + 416,67 + 833,33) =$$

$$= 1 - (3,139 \cdot 10^{-14} \cdot 1477,67) = 1 - 4,64 \cdot 10^{-14} =$$

$$= \underline{\underline{0,999}} \quad \Rightarrow \quad 99,9\% \text{ prafed'}$$

B: 1) Kvantifikace azbestu – početní koncentrace respirabilních vláken



0 - Do not count
1 - Count

Figure 6 — Examples of fibres extending outside the image field



ocenění početní

čh	Délka v μm
1	44,49
2	112,50
3	21,50
4	35,85
5	116,82
6	187,40
7	20,43
8	41,54
9	636,57
10	18,83
11	493,51
12	810,141
13	41,88
14	18,42
15	119,83
16	41,92
17	52,89
18	30,86
19	191,40
20	80,82
21	144,40
22	244,92
23	250
24	1000
25	140,20

kna
na
ická vlákna
vlákna
ě nebyl brán zřete

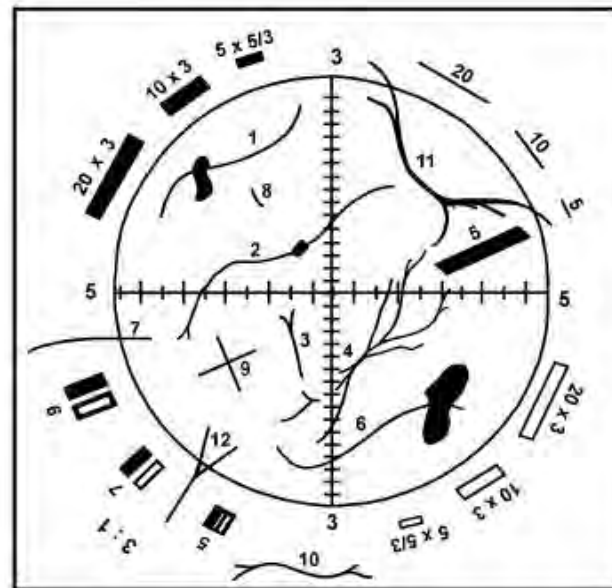
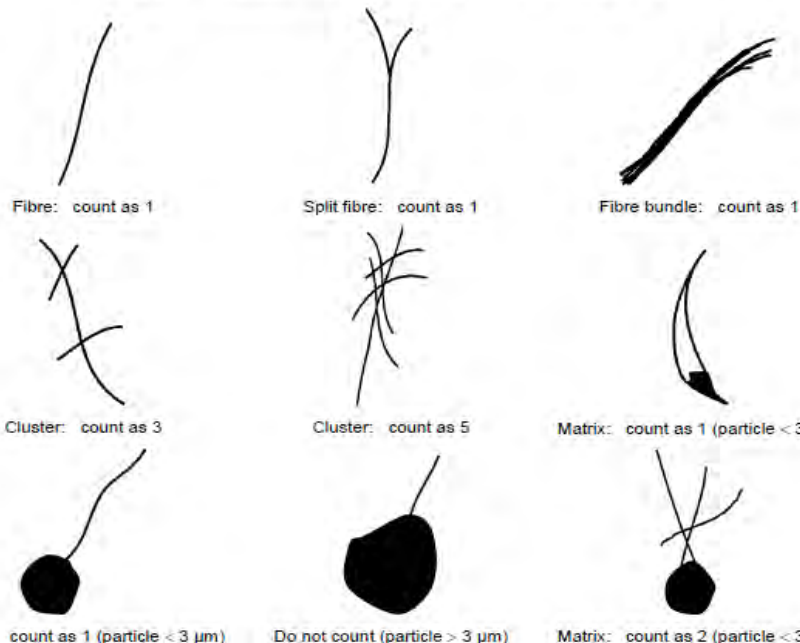


Figure 1: Walton-Beckett Graticule with some explanatory fibers. Counts for the Fibers in the Figure

Structure No.	Count	Explanation
1 to 6	1	Single fibers all contained within the circle.
7	1/2	Fiber crosses circle once.
8	0	Fiber too short.
9	2	Two crossing fibers.
10	0	Fiber outside graticule.
11	0	Fiber crosses graticule twice.
12	1/2	Although split, fiber only crosses once.

[Statutory Authority: RCW 49.17.040, .050, RCW 49.26.040 and RCW 49.26.130. 98-17-026 (Order 98-35), § 296-62-07737, filed 08/10/99, effective 11/10/99. Statutory Authority: RCW 49.17.040, [49.17.]050 and [49.17.]060. 97-01-079, 296-62-07737, filed 12/17/96, effective 3/1/97. Statutory Authority: Chapter 49.17 RCW. 87-24-051 (Order 87-24), 296-62-07737, filed 11/20/87. Statutory Authority: RCW 49.17.050(2) and 49.17.040. 87-10-008 (Order 87-08), 296-62-07737, filed 4/27/87.]

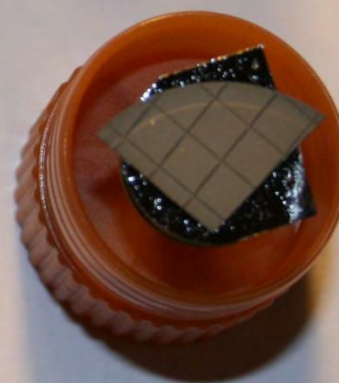
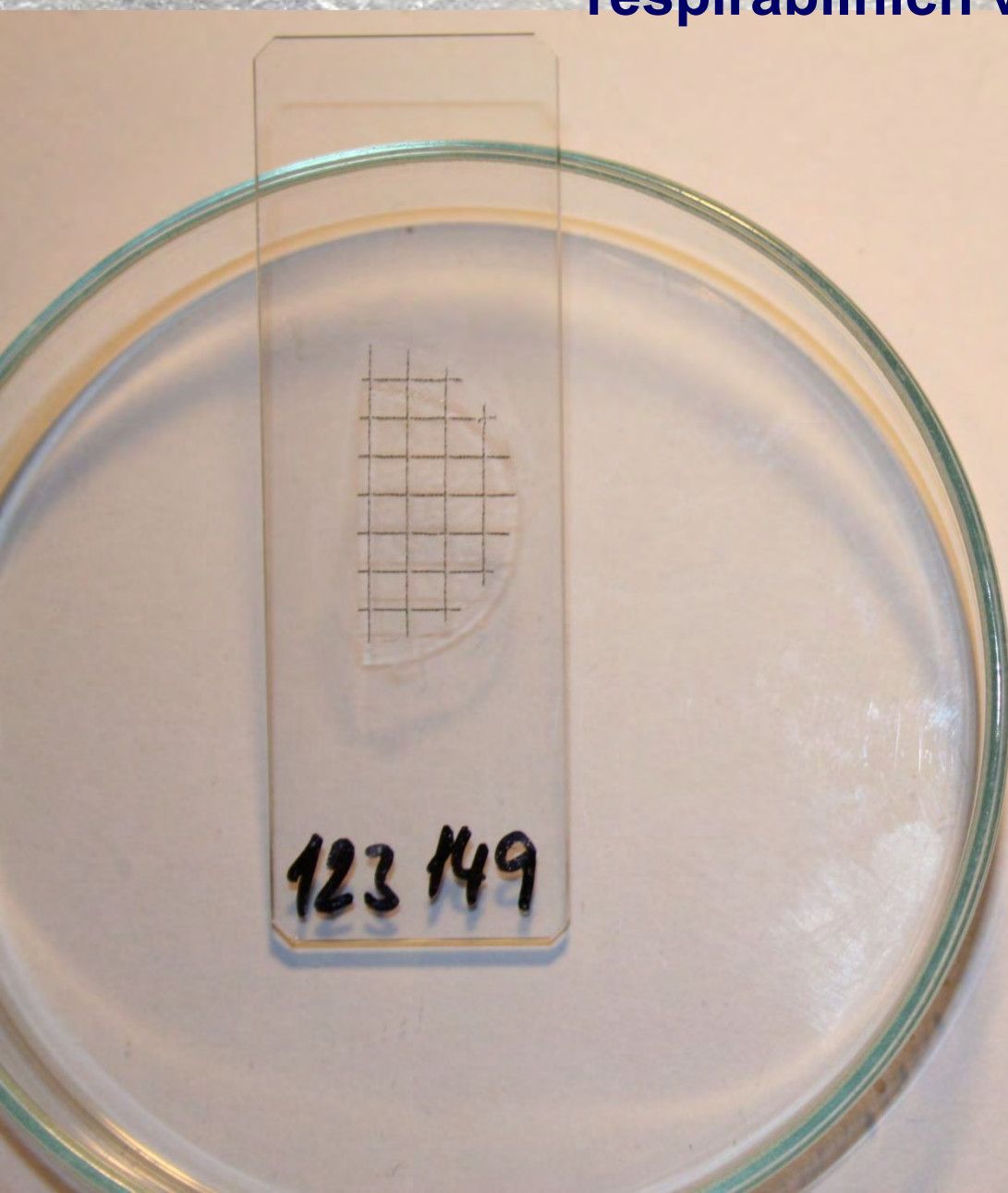


||||| 140 ||||| 150 ||||| 160 ||||| 170 ||||| 180 ||||| 190 ||||| 200
||||| 210 ||||| 220 ||||| 230 ||||| 240 ||||| 250

řepisná délka vláken - klíčová započítává se do filtru



B: 1) Kvantifikace azbestu – početní koncentrace respirabilních vláken



B: 1) Kvantifikace azbestu – početní koncentrace resp.

ISO 14966:2002

vláken

Metoda pro měření a vyhodnocení početní koncentrace vláken podle VDI 3492, ISO 14966

FIBRE COUNTING FORM: ISO 14966						
Sample No.:		Date:		Page No.:	Name:	
Calcium sulfate	Tally list:			Rejected structures	Tally list:	
Number of image fields	Fibre No.	Image field No.	l μm	D μm	Elemental composition	Fibre type
Tally list:						
	1					
	2					
	3					
	4					
	5					
	6					
	7					
	8					
	9					
	10					
	11					
	12					
	13					
	14					
	15					
	16					
	17					
	18					
	19					
	20					
	21					
	22					
	23					
	24					
	25					
	26					
	27					
	28					
	29					
	30					
Totals		Chrysotile type fibres:		Number rejected:		
		Amphibole fibres:		Bundles: Clusters: Matrices:		
		Other inorganic fibres:		Number of fibres without spectrum:		
		Calcium sulfate:				
Total number of image fields:		Micrograph numbers:		1:		
Number of image fields rejected:				2:		
Calibrated magnification:				3:		

Figure 5 — Example of fibre counting form

Vzorek č.: 103991 / 2014						
List (Str.) č.: 1						
Sírany vápenatý		Čárkový seznam				
Počet zobrazovaných polí	Číslo vlákná	Číslo obrazových polí	Délka v μm	Tloušťka vláken s D>=0.2μm D<=0.2 μm	Složení prvků	Druh vlákná
	1	43 x	14,49	0,13	0,AC, B	
	2		112,50	10,73	0,AC, B	
	3		91,50	8,45	0,AC, B	
	4		35,85	5,70	0,AC, B	
	5	75	116,82	9,85	0,AC, B (2x)	
	6		157,40	4,86	0,AC, B	
	7		20,43	0,79	0,AC, B	
	8		41,84	16,06	0,AC, B	
	9	46	616,57	8,35	0,AC, B	
	10	126	18,33	5,99	0,AC, B	
	11	154	43,51	4,07	0,AC, B	
	12		816,41	3,29	0,AC, B	
	13	161	41,18	6,33	0,AC, B	
	14	200	18,12	6,88	0,AC, B	
	15	205	113,23	9,41	0,AC, B	
	16	204	41,92	8,38	0,AC, B	
	17		58,89	9,22	0,AC, B	
	18	213	40,46	6,85	0,AC, B	
	19	215	141,40	4,93	0,AC, B	
	20	225	21,82	8,14	0,AC, B	
	21	230	34,21	8,90	0,AC, B	
	22		149,40	6,39	0,AC, B	
	23		241,90	12,10	0,AC, B	
	24					
	25					
Součet		Chrysotilová vlákná =				
250		Amfibolická vlákná =				
		Ostatní anorganická vlákná =				
		Sírany vápenatý vlákná =				
Objekty obsahující azbest, na které nebyl brán zřetel: 3. 11. 14						
Ostatní poznámky:						
Celkový počet obrazových polí : 250						
Skutečné zvětšení : 200x						
Velikost obrazového pole : 142,2 μm						
Počet vláken bez spektra prvků : -						

Datum analýzy: 31. 10. 14

Provedl, jméno, podpis: *[Signature]*

||||| 190 ||||| 200 ||||| 210 ||||| 220 ||||| 230 ||||| 240 ||||| 250

* nepřísná délka vláken - vlákná zahrnutá do filtru

B: 1) Kvantifikace azbestu – početní koncentrace resp. vláken

TEST REPORT

"Project title"

Sampling	
Date: "Date of sample collection"	Sample volume: 3,8 m ³
Measurement number: "Number"	Sampling duration: 8 h
Sampling apparatus: "Type"	Effective filter area: 380 mm ²
Type of measurement: "....."	
Location: "Description of the sampling location"	
Air sampling by:	

Analysis in the SEM

Scanning electron microscope: "Type of SEM"			
Analysis system: "Type of EDXA"		Magnification: 2 000 ×	
Filter area analysed: 1 mm ²		Number of image fields examined: 100	
Image field area: 0,01 mm ²		Number of image fields rejected: 5	
Number of rejected:	Bundles: 1	Clusters: 0	Matrices: 2
Number of fibres without spectrum: 4		Micrograph Numbers: 456, 457, 458	

Results

Fibre classification	Number of fibres counted	Fibre concentration (fibres/m ³)	
		Mean	Poissonian 95 % confidence interval
Amphibole	6	600	220 to 1 310
Chrysotile	3	300	60 to 880
Total asbestos	9	900	410 to 1 710
Other inorganic	15	1 500	840 to 2 470
Calcium sulfate	8	800	—

Sampling and analysis performed in accordance with ISO 14966.

Detection of one fibre corresponds to a concentration of 100 fibres/m³.

vláken

Počet nalezených vláken $N_i = 3$ ks
 Objem prostoru vzdušiny $V = 3,8$ m³
 Průměr membr. filtru $d_{EF} = 22$ mm
 Efektivní plocha filtru $P_{EF} = \pi r^2 = \frac{\pi d^2}{4} = 380$ mm²
 Měřeno při zvětšení $M = 2000 \times$
 Plocha jednoho obr. pole $P_{OP} = x \cdot y = 100 \times 100 = 10\,000$ μm²
 $= 0,01$ mm²
 Celková plocha prohl. obr. poli $P_{OP} = 1$ mm²
 Počet prohl. poli $N_p = 100$

$$C_i = \frac{N_i \cdot \pi \cdot d_{EF}^2}{P_{OP} \cdot N_p \cdot 4 \cdot V} = \frac{3 \cdot 3,14 \cdot 22 \cdot 22}{0,01 \cdot 100 \cdot 4 \cdot 3,8} = 299,95 = 300 \text{ ml/m}^3$$

$$C_{iH} = \frac{\lambda_{iH} \cdot \pi \cdot d_{EF}^2}{P_{OP} \cdot N_p \cdot 4 \cdot V} = \frac{8,7673 \cdot 3,14 \cdot 22^2}{0,01 \cdot 100 \cdot 4 \cdot 3,8} = 876,6 \text{ ml/m}^3$$

$$C_{iD} = \frac{\lambda_{iD} \cdot \pi \cdot d_{EF}^2}{P_{OP} \cdot N_p \cdot 4 \cdot V} = \frac{0,619 \cdot 3,14 \cdot 22^2}{0,01 \cdot 100 \cdot 4 \cdot 3,8} = 61,9 \text{ ml/m}^3$$

pro N_i z TAB.

$$\lambda_{iH} \Rightarrow 8,7673$$

$$\lambda_{iD} \Rightarrow 0,619$$

Výsledek je 300 ml/m³ s kraj. inh. 62 – 880 ml/m³

$$MD \Rightarrow \frac{\lambda_{i0} \cdot \pi \cdot d_{EF}^2}{P_{OP} \cdot N_p \cdot 4 \cdot V} = 150 \text{ ml/m}^3 \text{ kde } \lambda_{i0} = 2,99$$

- 1) Z TABULEK
- 2) EXCEL FCE [=POISSON()]
- 3) POMŮCI χ^2 ROZDĚLENÍ

$$\lambda_{iH} = \frac{1}{2} \chi^2_{2(n+1)}; 0,975$$

$$\lambda_{iD} = \frac{1}{2} \chi^2_{2n}; 0,025$$

Poissonovo rozdělení pravděpodobnosti – kritické hodnoty

ISO 14966

Table 2 — Upper and lower limits of the Poissonian 95 % confidence interval of a count

Fibre count	Lower λ_L	Upper λ_U	Fibre count	Lower λ_L	Upper λ_U	Fibre count	Lower λ_L	Upper λ_U
0	0	3,689 ^a	46	33,678	61,358	92	74,164	112,83
1	0,025	5,572	47	34,534	62,501	93	75,061	113,94
2	0,242	7,225	48	35,392	63,642	94	75,959	115,04
3	0,619	8,767	49	36,251	64,781	95	76,858	116,14
4	1,090	10,242	50	37,112	65,919	96	77,757	117,24
5	1,624	11,669	51	37,973	67,056	97	78,657	118,34
6	2,202	13,060	52					
7	2,814	14,423	53					
8	3,454	15,764	54					
9	4,115	17,085	55					
10	4,795	18,391	56					
11	5,491	19,683	57					
12	6,201	20,962	58					
13	6,922	22,231	59					
14	7,654	23,490	60					
15	8,396	24,741	61					
16	9,146	25,983	62					
17	9,904	27,219	63					
18	10,668	28,448	64					
19	11,440	29,671	65					
20	12,217	30,889	66					
21	13,000	32,101	67					
22	13,788	33,309	68					
23	14,581	34,512	69					
24	15,378	35,711	70					
25	16,178	36,905	71					
26	16,983	38,097	72					
27	17,793	39,284	73					
28	18,606	40,468	74					
29	19,422	41,649	75					
30	20,241	42,827	76					
31	21,063	44,002	77					
32	21,888	45,175	78					
33	22,715	46,345	79					
34	23,545	47,512	80					
35	24,378	48,677	81					
36	25,213	49,840	82					
37	26,050	51,000	83					
38	26,890	52,158	84					
39	27,732	53,315	85					
40	28,575	54,469	86					
41	29,421	55,622	87					
42	30,269	56,772	88					
43	31,119	57,921	89					
44	31,970	59,068	90					
45	32,823	60,214	91	73,267	111,73	470	428,47	514,50

ČSN 010229

Tabulka 2

HODNOTY KOEFICIENTU r_2 PŘI JEDNOSTRANNÉ KONFIDENČNÍ PRAVDĚPODOBNOСТИ γ
A DVOUSTRANNÉ KONFIDENČNÍ PRAVDĚPODOBNOСТИ γ^*

t	Hodnoty r_2 pro γ						
	0,9000	0,9500	0,9750	0,9900	0,9950	0,9975	0,9990
	Hodnoty r_2 pro γ^*						
	0,8000	0,9000	0,9500	0,9800	0,9900	0,9950	0,9980
0	2,303	2,996	3,689	4,605	5,298	5,991	6,908
1	3,890	4,744	5,572	6,638	7,430	8,212	9,233
2	5,322	6,296	7,225	8,406	9,274	10,125	11,229
3	6,681	7,754	8,767	10,045	10,977	11,887	13,062
4	7,994	9,154	10,242	11,605	12,594	13,556	14,794
5	9,275	10,513	11,668	13,108	14,150	15,159	16,455
6	10,532	11,842	13,059	14,571	15,660	16,713	18,062
7	11,771	13,148	14,423	16,000	17,134	18,228	19,626
8	12,995	14,435	15,763	17,403	18,578	19,711	21,156
9	14,206	15,705	17,085	18,783	19,998	21,168	22,657
10	15,407	16,962	18,390	20,145	21,398	22,602	24,134
11	16,598	18,208	19,682	21,490	22,779	24,017	25,589
12	17,782	19,443	20,962	22,821	24,145	25,415	27,026
13	18,958	20,669	22,230	24,139	25,497	26,797	28,446
14	20,128	21,886	23,490	25,446	26,836	28,166	29,852
15	21,292	23,097	24,740	26,743	28,164	29,523	31,244
16	22,452	24,301	25,983	28,030	29,482	30,869	32,624
17	23,606	25,499	27,219	29,310	30,791	32,205	33,993
18	24,756	26,692	28,448	30,581	32,091	33,531	35,351
19	25,903	27,879	29,671	31,845	33,383	34,850	36,701
20	27,045	29,062	30,888	33,103	34,668	36,160	38,042

Pokračování

^a The one-sided upper 95 % confidence limit for zero structures is 2,99.

Interval spolehlivosti: uvedeným výpočtem dostáváme **interval**, ve kterém s **95%-ní pravděpodobností leží skutečná střední hodnota** – confidence interval s krajními hodnotami nazývané confidence limits.

Nepletete si s nejistotou měření!

Interval spolehlivosti si volíme! Například zvolíme-li 95%-ní, znamená to, že parametr naměřený ve výběrovém souboru (např. průměr) se bude v celé populaci hodnot nacházet v daném intervalu.

Je to intervalový odhad střední hodnoty!



Chuchvalec chryzotilových vláken v asfaltové lepence

Výpočet Protokolu o zkoušce č. ISO 14966 / 2014

TEST REPORT

"Project title"

Sampling	
Date: "Date of sample collection"	Sample volume: 3,8 m ³
Measurement number: "Number"	Sampling duration: 8 h
Sampling apparatus: "Type"	Effective filter area: 380 mm ²
Type of measurement: "....."	
Location: "Description of the sampling location"	
Air sampling by:	

Analysis in the SEM

Scanning electron microscope: "Type of SEM"			
Analysis system: "Type of EDXA"		Magnification: 2 000 x	
Filter area analysed: 1 mm ²		Number of image fields examined: 100	
Image field area: 0,01 mm ²		Number of image fields rejected: 5	
Number of rejected:	Bundles: 1	Clusters: 0	Matrices: 2
Number of fibres without spectrum: 4		Micrograph Numbers: 456, 457, 458	

Results

Fibre classification	Number of fibres counted	Fibre concentration (fibres/m ³)	
		Mean	Poissonian 95 % confidence interval
Amphibole	6	600	220 to 1 310
Chrysotile	3	300	60 to 880
Total asbestos	9	900	410 to 1 710
Other inorganic	15	1 500	840 to 2 470
Calcium sulfate	8	800	— —

Identif.vzorku (číslo):	ISO 14966	v roce	2014
Objednavatel:	ISO 14966:2002		
Objednávka (pokud je to nutné):			
Zákazník / Zadavatel:			
Požadované stanovení:	minerální vlákna a azbestová vlákna		
Poznámka:	SEM/EDX, výpočet podle VDI 3492 a ISO 14966		
	Porovnání výpočtu		

Výpočet koncentrace respirabilních vláken

Jednotlivé třídy určení vláken (VDI 3492, ISO 14966)

	Chrysotile	Amphibole	Celkem azbestových vláken	Jiná anorganická vlákna	Calcium sulphate
Počet nalezených vláken třídy i (i = 1-4)	3	6	9	15	8
Počet prohlédnutých polí SEM	100				
Plocha jednoho prohl. pole SEM v mm ²	0.01				
Zvětšení mikroskopu - magnifikace - x	2001				
Objem prosáté vzdušiny filtrem v m ³	3.8				
Průměr efektivní použitého membránového filtru v mm	22.0				
Celková plocha prohlédnutých polí v mm ²	1	6			
Efektivní plocha MF v mm ²	379.9				
Počet nalezených vláken na celém MF	1140	2280	3419	5699	3040
Rozměr obrazového pole v μm	100				
Výpočet nejistoty podle Poissonova rozložení na úrovni 95% konfidenčního intervalu					
Horní hranice - horní limitní hodnota	8.7673	13.059	17.085	24.74	15.763
Dolní hranice - dolní limitní hodnota	0.619	2.202	4.115	8.396	3.454

Vyhodnocení vypočtených hodnot koncentrací respirabilních vláken

	C ₁	C ₂	C ₁ + C ₂	C ₃	C ₄
Výsledná koncentrace vláken v vl/m ³	300	600	900	1500	800
Poisson 95%-ní konfid. interval (horní)	877	1306	1708	2474	1576
Poisson 95%-ní konfid. interval (dolní)	62	220	411	839	345

Zaokrouhleno na jednotky vl/m³

Sampling and analysis performed in accordance with ISO 14966.

Detection of one fibre corresponds to a concentration of 100 fibres/m³.

Vliv počtu prohlédnutých polí na konf. interval



Figure D.1 — Poisson variability of fit

Výpočet koncentrace res

Počet nalezených vláken třídy

Počet prohlédnutých polí SEM

Plocha jednoho prohl. pole SEM v

Zvětšení mikroskopu - magnifikan

Objem prosáté vzdušiny filtrem v

Průměr efektivní použitého membr

Celková plocha prohlédnutých po

Efektivní plocha MF v mm²

Počet nalezených vláken na celém

Rozměr obrazového pole v μm

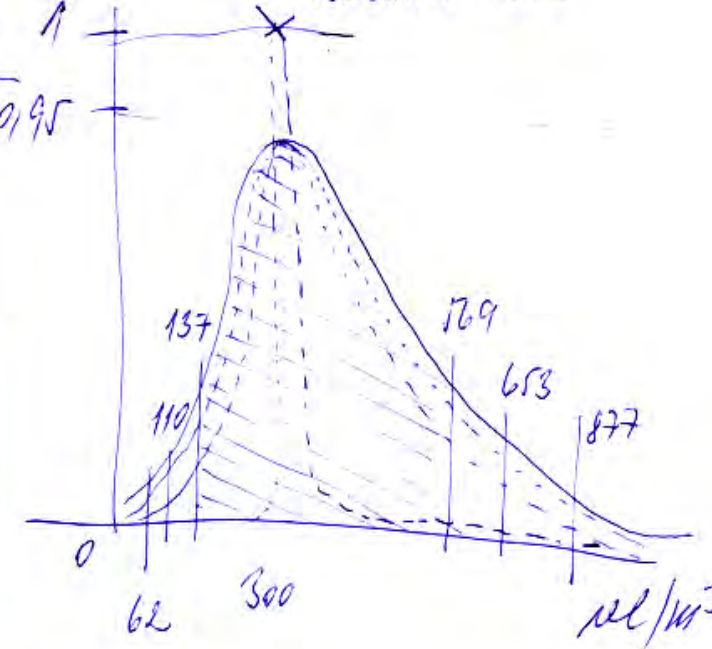
Výpočet nejistoty podle Poiss

úrovni 95% konfidenčního int

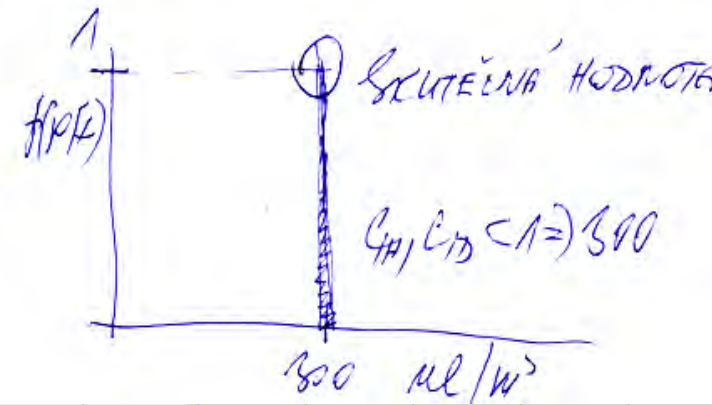
Horní hranice - horní limitní hodnot

Dolní hranice - dolní limitní hodnot

	100	200	300	KRECHNA
KONC. $\mu\text{l}/\text{m}^3$	300	300	300	300
POISSON HORNÍ $\mu\text{l}/\text{m}^3$	877	653	569	~ 300
POISSON DOLNÍ $\mu\text{l}/\text{m}^3$	62	110	137	~ 300



PLOCHA JEDN. OBJ. POLE $P_{OBJ} = 0,109 \text{ mm}^2$
 EFEKT. PLOCHA FILTRU $P_{EF} = 380 \text{ m}^2$
 POLÍ CELKEM $N_{PE} = 38000$



Vyhodnocení vypočtených hodnot koncentrací respirabilních vláken	C_1	C_2	$C_1 + C_2$	C_3	C_4	C_1	C_2	$C_1 + C_2$	C_3	C_4	C_1	C_2	$C_1 + C_2$	C_3	C_4
Výsledná koncentrace vláken v $\mu\text{l}/\text{m}^3$	300	600	900	1500	800	300	600	900	1500	800	300	600	900	1500	800
Poisson 95%-ní konfid. interval (horní)	877	1306	1708	2474	1576	653	1048	1422	2141	1299	569	948	1309	2007	1190
Poisson 95%-ní konfid. interval (dolní)	62	220	411	839	345	110	310	533	1012	457	137	356	593	1094	513

B: 1) Kvantifikace azbestu – nejistota měření

A) Nejistota měření: dána druhou odmocninou součtu mocnin jednotlivých příspěvků směrodatných odchylek. Má aditivní charakter!

Je to vlastně vyjádření nepřesnosti měření odhadu skutečné hodnoty. K jejímu odhadu se používá právě soubor směrodatných odchylek jednotlivých příspěvků, které statisticky významně ovlivňují výsledek analýzy.

Systematic errors in the measured numerical fibre concentration can occur as a result of:

a) **sampling** (errors in measurement of volume flowrate)

b) **SEM specimen preparation** (fibre losses during handling and plasma ashing)

c) **analysis** (adjustment of SEM, fibre counting, measur. and identif.).

B: 1) Kvantifikace azbestu – nejistota měření

Include:

detection and analysis of thin fibres with widths close to and lower than the calibrated visibility limit of 0,2 μm ;

subjective interpretation of aggregates comprising fibres and isometric particles during fibre counting;

interpretation of EDX spectra to classify fibres, particularly for spectra subject to interferences by coatings or adjacent particles.

9.2.3 Total error of the method

The total error σ_T of the measuring method is understood here as the root of the sum of the squares of the standard deviations for sampling σ_P , evaluation σ_A and the Poisson variability σ_S of the count result. Provided that these errors are independent the total error is:

$$\sigma_T^2 = \sigma_P^2 + \sigma_A^2 + \sigma_S^2 \quad (4)$$

B: 1) Kvantifikace azbestu – nejistota měření

Random variation of the results occurs as a **result of Poisson variability**, and this is particularly important for low fibre counts. Low fibre counts are often experienced for asbestos fibres longer than 5 μm . The variability associated with particular fibre counts can be estimated using the Poisson distribution.

B) Nejschůdnější cesta - účast na mezilaboratorním porovnávání SEMS, CALA ap.

Nejistota měření 20% převzata jako kritérium - hodnota při sumárním hodnocení analytických výsledků referenčních laboratoří, které jsou posuzovány s využitím výsledků všech analýz vzorků provedených ve všech referenčních laboratořích. **Po kontrole a zhodnocení se tato nejistota měření používá způsobem, že se přijímá jako kritérium a základ pro hodnocení výsledků získaných účastníky testu systémem porovnáním každý s každým (round-robin test).**

Vzorkování a odběr vzorků <i>(postupy provedené na místě odběru vzorků v terénu)</i>				
Postup	Vyjádření k postupu	Proveden podle metody	P	Akr.
odbor vzduš	proveden	SOP VZ 216	P1	A

Poznámka k odběru: Odběr celkem 1030 l vzdušiny.

Fyzikální ukazatele <i>Azbest a minerální vlákna (početní koncentrace respirabilních vláken) metodou SEM/EDX</i>						
Ukazatel	Hodnota	Jednotka	Konf. interval - Poisson	Nejistota	Identif. zkoušky	P Ak.
Vlákna amfibolu	386	poč.resp.vlák./m ³	47 - 1395	20%	SOP 405.02	P1 A
Vlákna všech azbestů	579	poč.resp.vlák./m ³	119 - 1692	20%	SOP 405.02	P1 A
Vlákna síranu vápenatého	<100	poč.resp.vlák./m ³			SOP 405.02	P1 A
Vlákna chryzotilu	193	poč.resp.vlák./m ³	5 - 1076	20%	SOP 405.02	P1 A
Vlákna jiná minerální	<100	poč.resp.vlák./m ³			SOP 405.02	P1 A

Poznámka k analýze : SOP 405.02. Minerální a azbestová vlákna - početní koncentrace:
Koncentrace vl/m³: hodnota vypočtená z údaje počtu vláken na vyhodnocené ploše filtru po přepočtu na efektivní plochu filtru a z údaje prosátého objemu vzdušiny.

Poissonova hodnota vl/m³: hodnota koncentrace vláken odpovídající dolní/horní hranici 95%-ního pásu spolehlivosti podle VDI 3492 a ISO 14966.

Zkušební laboratoř je úspěšným participantem SEMS (Scanning Electron Microscopy Scheme), Round 3, March 2014. Health and Safety Laboratory, Harpur Hill, Buxton, Derbyshire, SK17 9JN, UK.

Přílohy : Příloha č. 1, Výpočet k Protokolu o zkoušce č. 46502/2014

Metody v sloupci Ak.: A - akreditovaná zkouška

Vysvětlivky a zkratky: P, Prac. - pracoviště, SOP - standardní operační postup, ZÚ - Zdrav.ústav se sídlem v Ústí n.L.

Nejistota měření (Nejist.) : Uvedená nejistota nezahmuje nejistotu vzorkování a nevztahuje se na výsledky pod mezí stanovitelnosti. Výsledky zkoušek jsou uváděny s nejistotou měření vyjádřenou jako rozšířená nejistota s koeficientem rozšíření k=2, což pro normální rozdělení odpovídá pravděpodobnosti pokrytí 95%.

Laboratoř je způsobilá aktualizovat normativní dokumenty identifikující zkušební postupy. Laboratoř má přiznán flexibilní rozsah akreditace. Laboratoř může modifikovat své metody zkoušení, rozšiřovat rozsah zkoušených parametrů a/nebo aplikovat zkoušku na jiný předmět akreditace za předpokladu, že princip měření zůstává zachován.

Přehled zkušebních metod:

SOP VZ 216 (NIOSH No7400, OSHA160, MDHS 59, ISO 14966, MZ ČR OVZ-32.0-08.3.07/8559, ČSN ISO 18000-7, Pok. HHČR 2935/2012)
SOP 405.02 (VDI 3492 mimo kap. 5, 6; ISO 14966, ČSN EN ISO 18000-7, AHEM Příl. č. 13/86, Pok. HH ČR čj. 2935/2012)

Místo provedení zkoušky (P, Prac. - pracoviště) :

Pracoviště č. P11 Závodní 94, 380 06 Karlovy Vary

Pracoviště č. P1 Jana Čemého 381, 503 41 Hradec Králové

Vyjádření k postupu	Proveden podle metody	P	Akr.
proveden	SOP VZ 216	P1	A

respirabilních vláken) metodou SEM/EDX				
	Konf. interval - Poisson	Nejistota	Identif. zkoušky	P Ak.
	47 - 1395	20%	SOP 405.02	P1 A
	119 - 1692	20%	SOP 405.02	P1 A
	5 - 1076	20%	SOP 405.02	P1 A
			SOP 405.02	P1 A

azbestová vlákna - početní koncentrace:
vypočtená z údaje počtu vláken na vyhodnocené ploše filtru po přepočtu na efektivní plochu filtru a z údaje prosátého objemu vzdušiny.

koncentrace vláken odpovídající dolní/horní hranici 95%-ního pásu spolehlivosti podle VDI 3492 a ISO 14966.

participantem SEMS (Scanning Electron Microscopy Scheme), Health and Safety Laboratory, Harpur Hill, Buxton,

o zkoušce č. 46502/2014

operační postup, ZÚ - Zdrav.ústav se sídlem v Ústí n.L.

vzorkování a nevztahuje se na výsledky pod mezí stanovitelnosti. Uvedená nejistota s koeficientem rozšíření k=2, což pro

metody zkušební postupy. Laboratoř má přiznán flexibilní rozsah akreditace. Laboratoř může modifikovat své metody zkoušení, rozšiřovat rozsah zkoušených parametrů a/nebo aplikovat zkoušku na

Dotaz: Co když je na MF jedine' ulátus a Vy ho nezjistíte?

$$V = 1 \text{ m}^3$$

$$F_F = 380 \text{ mm}^2$$

$$P_{OP} = 0,01 \text{ mm}^2 \quad N_{FP} = 38000$$

$$C_i = 1 \text{ ml/m}^3$$

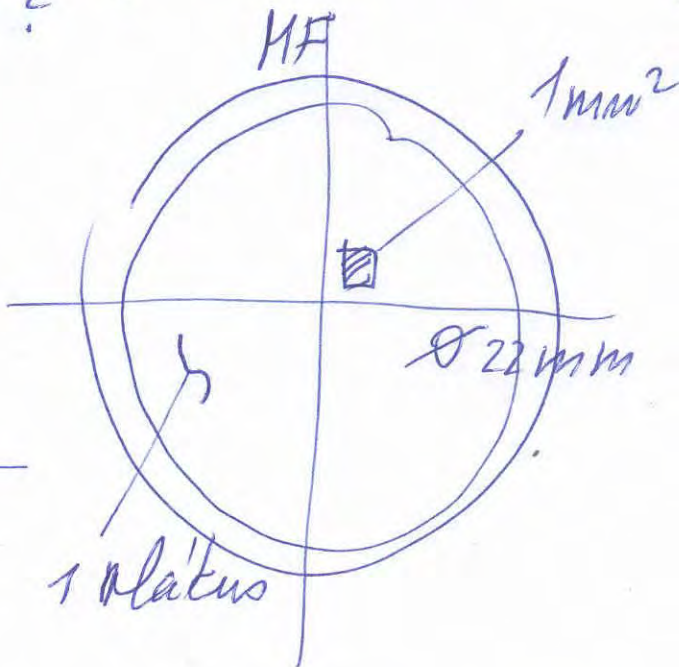
nenaloznu pak

$$C_{iv} = < 100 \text{ ul/m}^3$$

$$K_{14} = 1138 \text{ ul/m}^3$$

odpověď: Koncentrace je tak nízká, že nedojde k žádnému pochybení.

Výřtemu zjistím konc. $C_i < 100 \text{ ul/m}^3$.



Dotaz: co když je na MF 1000 ml. a
 Vy. je tam vůbec nenajdete -
 čím jedno !! MF

$$V = 1 \text{ m}^3$$

$$N_{\text{MSK}} = 1000 \text{ ml./meub. f.}$$

$$C_{\text{ISE}} = 1000 \text{ ml./m}^3$$

Vypočet cla':

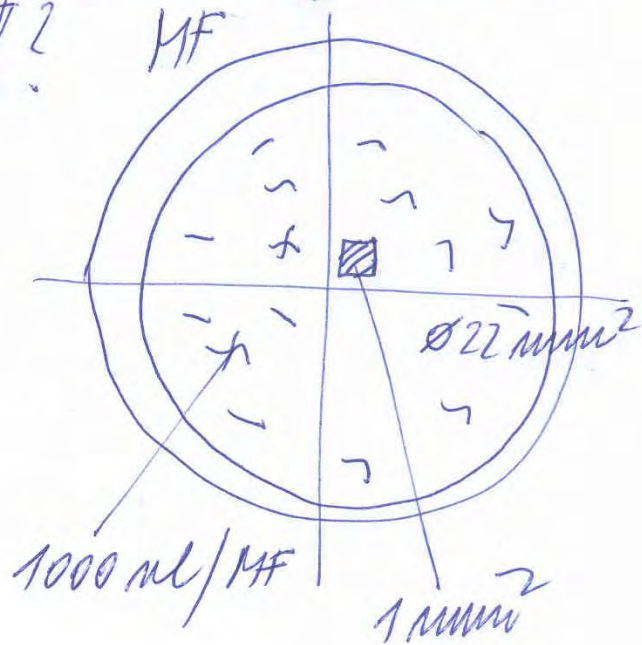
$$N_{\text{del}} = 0$$

$$C_{\text{IVYP}} = < 100 \text{ ml./m}^3$$

$$K_{\text{H}} = 1138 \text{ ml./m}^3$$

~~K_{D} se nepřítá~~

ALE



(ALE)

Ale na 1 mm^2 připadá teoreticky 2,63 ml.

Budu grand - na 1 mm^2 připadá 3 ml.

Jaká je pravděpodobnost $P(x)$, že na 1 mm^2 není žádné vláknice? $1 \text{ mm}^2 \Rightarrow 0 \text{ ml}$.

(viz Příkl. ad 2)

$$P_i(x=0) = \frac{\lambda^0}{0!} \cdot e^{-\lambda} = \frac{3^0}{0!} \cdot e^{-3} = e^{-3} = 0,049$$

Odp. $\lambda_i = 3$

Pravděpodobnost je pouze 5%-ní.

Že 95% bude na každém mm^2 počet ml. 3.

Pak myšlenku:

$$\underline{C_{\text{výp}}} = 1140 \quad U_e = 20\%$$

$$K_{14} = 3337 \quad K_{15} = 235 \text{ al./m}^2$$

B: 2) Kvantifikace azbestu – hmotnostní konc. vláken

2a) Chryzotil a amfiboly podle VDI 3866, Part 2, Infrared Determination Asbestos

2b) Chryzotil a amfibolické azbesty podle BIA 7487

2c) Chryzotil a amfibolické azbesty podle ISO 22262-2

2a) Chryzotil podle VDI 3866, Part 2, Determination of Asbestos in Technical Products. Infrared Spectroscopy method.

Determination of Chrysotile Content of Asbestos Cement Dusts by IR-Spectroscopy

J. Hlavay¹, L. Antal¹, I. György-Pozsonyi², and J. Inczédy¹

¹ Institute for Analytical Chemistry, University of Chemical Engineering, P.O. Box 158, H-8201 Veszprém,

² Central Research and Design Institute for Silicate Industries, P.O. Box 112, H-1300 Budapest, Hungary

Bestimmung des Chrysotilgehaltes von Asbestzement-Staub mit Hilfe der IR-Spektroskopie

There is an ever increasing demand for the development of methods for identification and quantitative determination

VEREIN
DEUTSCHER
INGENIEURE

Bestimmung von Asbest
in technischen Produkten
Infrarotspektroskopisches Verfahren

Determination of asbestos
in technical products
Infrared spectroscopy method

VDI 3866

Blatt 2 / Part 2

Ausg. deutsch/englisch
Issue German/English

Methoden zur Ermittlung der Extinktion für chrysotil nach der Peakhöhenbewertung des IR-Spektrums
entweder bei der Wellenzahl 3900 cm⁻¹ oder im Bereich der Gipfelpunkte der OH-Wellenzahl 3700 cm⁻¹

Fig. 1. Graphical methods for determining the absorbance for chrysotile asbestos by peak height evaluation

a) baseline horizontal at wave number 3900 cm⁻¹
b) baseline tangential in the region of the OH band peaks at wave number 3700 cm⁻¹

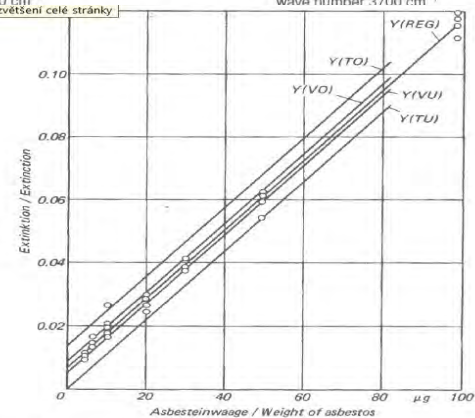
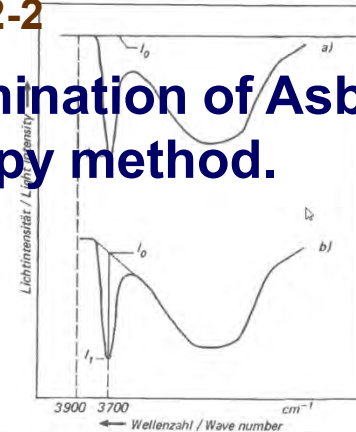


Bild 2. Beispiel einer Kalibrierkurve für Chrysotilasbest
Steigung der Geraden $A = 1,07 \cdot 10^{-3} \mu\text{g}^{-1}$
Achsenabschnitt der Geraden $B = 7 \cdot 10^{-3}$
Korrelationskoeffizient $R = 0,997$

Y(TO) obere Toleranzgrenze
Y(VO) obere Vertrauensgrenze
Y(REG) Regressionsgerade
Y(VU) untere Vertrauensgrenze
Y(TU) untere Toleranzgrenze

Fig. 2. Example of a calibration curve for chrysotile asbestos
slope $A = 1,07 \cdot 10^{-3} \mu\text{g}^{-1}$
intercept $B = 7 \cdot 10^{-3}$
correlation coefficient $R = 0,997$

Y(TO) upper tolerance limit
Y(VO) upper confidence limit
Y(REG) regression line
Y(VU) lower confidence limit
Y(TU) lower tolerance limit

BGI 505.30 (bisher ZH 1/120.30)

Verfahren zur Bestimmung der Massenanteile von Chryzotilasbest und Amphibolasbesten

Hauptverband der gewerblichen Berufsgenossenschaften

Fachauschuß "Chemie"

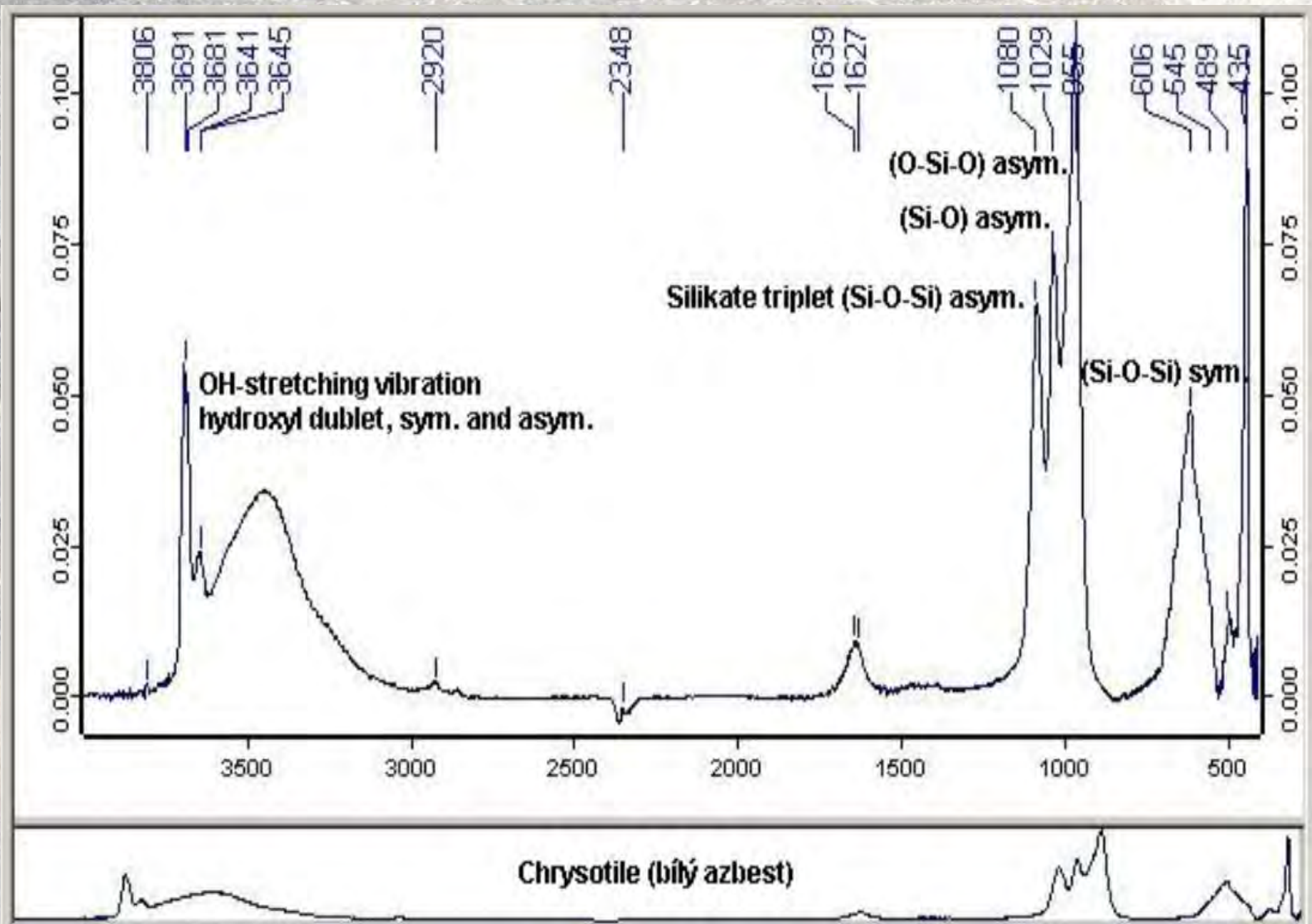
März 1991

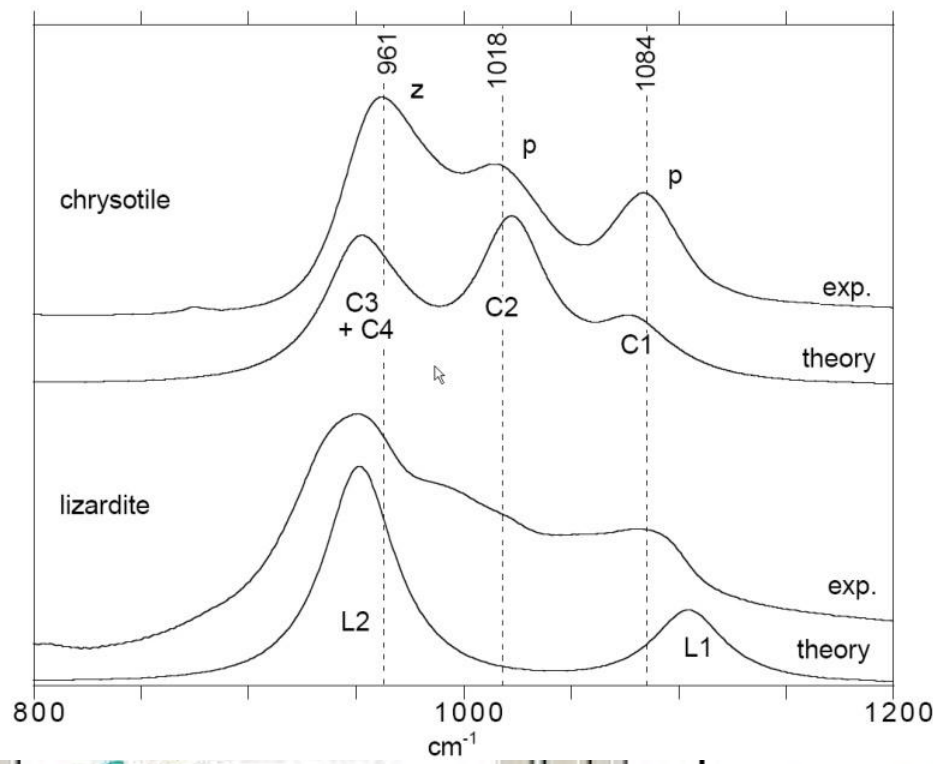
Erprobtes und von den Berufsgenossenschaften anerkanntes, diskontinuierliches Verfahren zur Bestimmung von Asbest-Massenanteilen in Feinstäuben.

Probenahme mit Vorabscheider für Feinstäube und Abscheidung auf einem Partikelfilter, Infrarotspektrometrie, Phasenkontrastmikroskopie,

„ASBEST-MASSE“

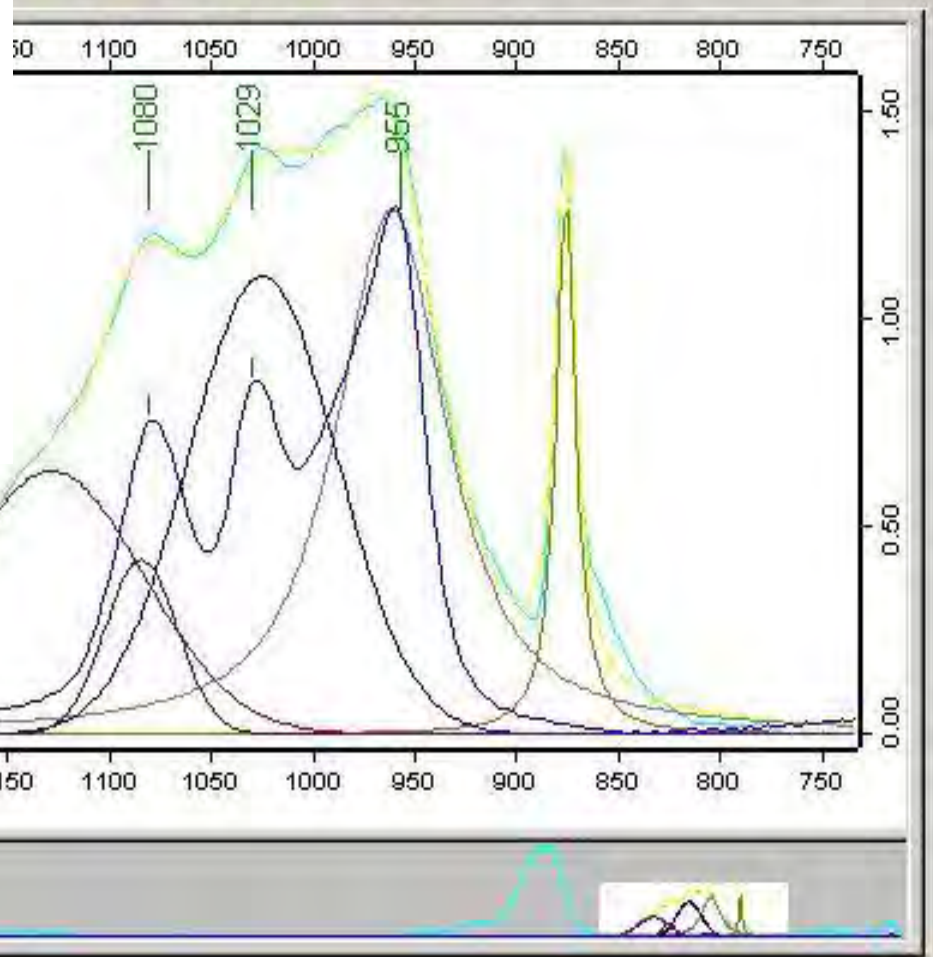
(Ausgabe: März 1991).





Macro Validation Setup Help

A toolbar containing various icons for file operations (open, save, print), analysis (fit, zoom, pan), and display (refresh, zoom in, zoom out).




Software interface for fitting and data management. It lists several fitting functions:

- "FIT.2" 1
- "FIT.3" 1
- "FIT.4" 1
- "FIT.5" 1
- "Azbest std_1866a_chrysotile.0"

Each function has buttons for "AE", "FIT.REP", and "HISTORY". The "Azbest std_1866a_chrysotile.0" entry has additional buttons for "PEAKS", "SC", and "PH".

Display Vojte...

Náročné na:

- a) **homogenitu vzorku**, proces homogenizace a jeho kontrola – změny ve velikosti částic – nutno umlet a rozdrtit na **částice pod 5 μm** , mletí standardu
- b) **vliv interferencí není tak závažný** – pokud je známe a identifikujeme – separace a substrakce spekter, modelování a stat. metody pattern recognition
- c) k dispozici **knihovna spekter anorganických látek**, minerálů a hornin (10.000 FTIR spekter), vlastní knihovna cca **500 spekter minerálů**
- d) **mineralogická sbírka**
- e) vše je marné, pokud jde o směs více jak deseti složek
- f) vše je marné, když je tam organika
- g) **FTIR spektra typů azbestu z různých lokalit jsou rozdílná!** Americký microPhaZir  zklamal! Za odměnu dostal „čuchnout“ ruského azbestu (lokalita Orenburg – Jasnyj, Kijembajský kombinát)
- h) **Výsledky v %hmot., MS = 0,1%hmot., MD = 0,05%hmot., Uc = 5-10%** (10mg navážka, detekce 5 μg chryzotilu, množství od 10 μg)
- i) **relativně drahé, ale únosné** – vysoké pořizovací náklady, od 4.000,- Kč, u komplikovaných matic i 6.000,- Kč „neakreditovaně“

2b) Chryzotil a amfibolické azbesty podle BIA 7487

Využívá se specifické hmotnosti a znalosti rozměrů jednotlivých vláken

Identifizierung von Asbestfasern in Stäuben, Pulvern und Pudern mineralischer Rohstoffe

- Grundlagen, Daten und Struktur eines Konzeptes zur Faseridentifizierung -

M. Mattenklott^{*}

Zusammenfassung Die Bestimmung von lungengängigen Asbestfasern in der Luft in Arbeitsbereichen erfolgt mit dem von den Berufsgenossenschaften anerkannten rasterelektronenmikroskopischen Analysenverfahren BGI 505-46 (frühere Bezeichnung: ZH 1/120.46). Die in dieser Analysenvorschrift genannten Auswertekriterien sind zur Bestimmung von Asbestfasern in Stäuben, die bei der Gewinnung bzw. Aufbereitung von Gesteinen anfallen, jedoch nicht hinreichend. Deshalb sollten ergänzende Kriterien verfügbar sein. In dieser Arbeit sind die Elementgehalte der Asbestminerale und typischer Minerale potenziell asbesthaltiger Gesteine zusammengestellt worden. Dabei waren sowohl die natürliche Variabilität bzw. Mischkristallbildung bestimmter Minerale als auch die nur eingeschränkte Genauigkeit der Elementanalyse von EDX-Systemen unter den gegebenen Messbedingungen zu berücksichtigen. Daraus abgeleitet wurde ein Kriterienkatalog zur Abgrenzung der Asbestminerale von anderen Mineralen anhand der chemischen Zusammensetzung (EDX-Analyse mit ZAF-Korrektur). Zur effizienten Anwendung dieser ergänzenden Kriterien zur Faseridentifizierung wird eine Umsetzung des Kriterienkatalogs in Form einer frei verfügbaren Tabelle auf Grundlage des Tabellenkalkulationsprogramms Microsoft EXCEL[®] vorgestellt.

Identification of asbestos fibres in dusts and powders from mineral raw materials

Abstract The determination of respirable asbestos fibres in workplace air is based on a BG-approved method using scanning electron microscopy (method BGI 505-46, former: ZH 1/120.46). The criteria laid down in this method to identify asbestos fibres, however, do not suffice for the determination of asbestos fibres in dusts, generated by quarrying and further treatment of rocks. Additional criteria should therefore be available. The paper contains an overview of asbestos minerals and typical minerals of potentially asbestos-containing rocks and their usual range of chemical composition. The data have been collected with respect to both the natural variability or the mixed crystal growth of certain minerals and the relatively imprecise of results of EDX-based analyses of the chemical composition under these special measurement conditions. Using these data it was possible to establish a catalogue of criteria which helps distinguish asbestos minerals from other minerals by referring to the chemical composition. To allow an efficient use of this data-collection, the criteria catalogue was transferred into a free available Microsoft EXCEL[®]-sheet.

^{*} Dr. rer. nat. Markus Mattenklott, Berufsgenossenschaftliches Institut für Arbeitssicherheit - BIA, Sankt Augustin

Die wesentlichen Inhalte dieses Manuskriptes bezüglich der Faseridentifizierung sind aus folgender Veröffentlichung übernommen: M. Mattenklott: Identifizierung von Asbestfasern in Stäuben, Pulvern und Pudern mineralischer Rohstoffe. Teil 1: Grundlagen, Kriterienkatalog. Gefahrstoffe - Reinhaltung der Luft 58 (1998), Seite 15-22.

Verfahren zur analytischen Bestimmung von Asbestfasern mit REM/EDX **7487**

Verfahren zur analytischen Bestimmung geringer Massengehalte von Asbestfasern in Pulvern, Pudern und Stäuben mit REM/EDX

1 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Zur Bestimmung des Massengehaltes von Asbestfasern in Pulvern, Pudern und Stäuben wird eine bekannte Menge der pulverförmigen Substanz mit Hilfe der Rasterelektronenmikroskopie (REM) und der energiedispersiven Röntgenmikroanalyse (EDX) hinsichtlich faserförmiger Partikeln mit Asbestspektren untersucht. Diese Partikeln werden vermessen, und unter Verwendung von Formfaktoren und der Materialdichte wird ihre Masse berechnet. Der Anteil dieser auf die Bezugsmenge hochgerechneten Masse an der Bezugsmenge ist der gesuchte Massenanteil.

2b) Chryzotil a amfibolické azbesty podle BIA 7487

Využívá se specifické hmotnosti a znalosti rozměrů jednotlivých vláken

Bearbeiter/in: Homola Petr		Proben-Kennz.: Eternit		Interne Nr.: 25643/2012		Auswertedatum: 4.5.2012	
Chemische Zusammensetzung der Partikel				Chryzotil ja	Anthophyllit nein	Tremolit nein	Aktinolith nein
Element	Masse-%	Peakh.	Integr. Intensität	Kriterium:	erfüllt?	Kriterium:	erfüllt?
Na	0.5			Si deutlich (17 - 28.5)	ja	Si deutlich (23 - 32)	nein
Mg	24			Mg deutlich (24 - 33.5)	ja	Mg deutlich (10 - 25)	nein
Al	2			Fe möglich (< 6)	ja	Fe schwach-deutl. (3 - 17)	nein
Si	20			Al möglich (< 3.5)	ja	Al möglich (< 3.5)	ja
S	0.1			Ca möglich (< 3.5)	ja	Ca möglich (< 3.5)	ja
K	0.5			Na schwach mög (< 1.5)	ja	Na schwach mögl. (< 1.5)	ja
Ca	2			K schwach mögl. (< 1)	ja	K schwach mögl. (< 1.5)	ja
Mn	0.5			Mn schwach mög (< 1)	ja	Mn schwach mögl. (< 1.5)	ja
Fe	2			Ti schwach mög (< 1.5)	ja	Ti schwach mögl. (< 1.5)	ja
Ti	1			S in Spuren (< 1)	ja	S in Spuren (< 1)	ja
				Si / Mg (< 1)	ja	Si / Mg (> 1)	nein
				Si / Fe (> 4)	ja	Si / Al (> 8)	ja
				Si / Al (> 5)	ja	fehlerndes Kriterium:	
Oxid				Geräteparameter			
Na ₂ O				Fenster: Be			
MgO				Detektor: SDD			
Al ₂ O ₃				Raumwinkel [s 0			
SiO ₂				Spannung [kV 15			
SO ₄ ²⁻				Partikel			
K ₂ O				Länge [µm]: 20			
CaO				Durchm. [µm]: 0.2			
MnO				Formfaktor: 0.7854			
FeO				L / D: 100.0			
Fe ₂ O ₃				Volumen [µm ³ 0.6			
TiO ₂				Dichte [g/cm ³ 2.5			
(TiO ₂ - Ti ₂ O ₃ /0.9)				Masse [pg]: 1.5708			
Faser gemäß WHO-Definition				Mögliche Minerale			
Partikel gemäß Konventionen identifiziert als:				(Bewertung: Anzahl nicht übereinstimmender Elementgehalte)			
Chryzotil				Zusätzliche Toleranz der Elementgehalte in % relativ: 5			
				Trefferanzahl berechnen j			
				Trefferanzahl: 0			
Standardisierte Analysenwerte				Verhältnisse der Elementgehalte:			
Element	Anteil	Si/Mg	0.83	Olivin	4	Pigeonit (Fe)	3
Na	0.52	Si/Al	10.00	Olivin (Fe)	5	Enstatit	3
Mg	25.10	Si/Ca	10.00	Diopsid	3	Bronzit	5
Al	2.09	Si/Fe	10.00	Diop. Augit	4	Hypersthen	5
Si	20.92	Mg/Fe	12.00	Agirinaugit	5	Pargasit	5
S	0.10	Soll auf 100 normiert werden (j/n) j		Augit	3	Hastingsit	5
K	0.52	Summe der Oxidgehalte bzw. Peakhöhen, -intens.		Augit	3	Brunsgrit	6
Ca	2.09	vor Normierung: 95.82		Pigeonit	3	Chrysotil	4
Mn	0.52	(Fe als FeO berechnet)		Pigeonit	3	Tschemakit (Fe)	4
Fe	2.09			Chryzotil	x	Tremolit	3
Ti	1.05			Anthophyllit	3	Aktinolith	3
FASER-IDENTIFIZIERUNG 1.1, 6/99 - BIA, St. Augustin				mit den Asbestmineralen			
				Chryzotil	x	Tremolit	3
				Anthophyllit	3	Aktinolith	3

Porovnáva data s daty 50-ti minerálů silikátového typu, identifikuje typ azbestu- pokud tam je. Vypočítá váhové množství měřeného vlákna na základě jeho typu a znalosti rozměrů

2c) Chryzotil a amfibolické azbesty podle ISO 22262-2

Využívá se specifické hmotnosti a znalosti rozměrů jednotlivých vláken

Licensed by UNMZ to CSN standards distributor-NORMSERVIS s.r.o., IČO 26249324
Downloaded: 2014-12-02

ISO 22262-2:2014(E)

INTERNATIONAL
STANDARD

ISO
22262-2

First edition
2014-09-01

Air quality — Bulk materials —

Part 2:

Quantitative determination of asbestos by gravimetric and microscopical methods

Qualité de l'air — Matériaux solides —

*Partie 2: Dosage quantitatif de l'amiante en utilisant les méthodes
gravimétrique et microscopique*

recorded is at least ten times the volume of the originally-selected fibre or bundle. For asbestos fibres which intercept the edge of the field of view on the SEM, or the grid bars on the TEM, measure only the visible parts of the fibres and bundles within the field of view or grid opening, for the purposes of calculation of the mass fraction of asbestos.

14.2.4.6 Calculation of the mass fraction percentage of asbestos

Calculate the mass fraction percentage of asbestos fibres and bundles using the relationship:

$$M = 10^{-13} \times \frac{G \times D \times A \times S}{E \times F \times T} \times \sum_{j=1}^{j=n} (W_j^2 \times L_j)$$

where

- M is the mass fraction of asbestos in percent;
- G is the geometric cross-section shape factor;
- A is the area of analytical filter in mm²;
- D is the density of asbestos in kg/m³;
- S is the volume of suspension in ml;
- W_j is the width of the j th structure in μm;
- L_j is the length of the j th structure in μm;
- E is the area of analytical filter examined in mm²;
- F is the equivalent volume of suspension filtered in ml;
- T is the weight of original sub-sample in g.

In the above relationship, assume:

- a) the value for G to be 0,7854 for chrysotile, and 0,5 for the amphiboles; and,
- b) the following values for the densities of the asbestos varieties: chrysotile 2 550 kg/m³, crocidolite 3 370 kg/m³, amosite 3 430 kg/m³, anthophyllite 3 000 kg/m³, tremolite 3 000 kg/m³, actinolite 3 100 kg/m³, richterite/winchite 3 050 kg/m³. The densities of the asbestos varieties vary with composition, but the values specified are sufficiently accurate for the purposes of this calculation.

15 Determination of asbestiform amphibole in vermiculite

2b) Chryzotil a amfibolické azbesty podle BIA 7487, ISO 22262-2

Náročné na:

- a) **homogenitu vzorku, proces homogenizace** a jeho kontrola – změny ve velikosti částic – vhodné opravdu jen pro prach, pudry, práškové hmoty, sítování
- b) **příprava vzorku k SEM** – příprava suspenze, **voda bez přítomnosti vláken** – kontrola a záznam, filtrace, analýza SEM/EDX
- c) **měrné hmotnosti z různých nalezišť jsou rozdílné u stejného typu azbestu** – nepřesné při použití uzančních hodnot
- d) **neexistuje PT**, mizerná reprodukovatelnost, hodně analýz ale vede k uspokojivým statistickým parametrům
- e) **pracné, zdlouhavé a drahé stanovení** (řád – desetitisíce), 12.000,-Kč, neakreditované“
- f) **znatelného zlepšení výsledků se docílí filtrací přes filtry s póry 0,4 μ m až 0,8 μ m**. Velikost pórů podle BIA 7487 (0,2 μ m) není vhodná pro kompaktní a kusové materiály.
- g) **Mez detekce je hluboko pod 0,1% hmot - MD až 0,008% hmot.**

2b) Chryzotil a amfibolické azbesty podle BIA 7487 a ISO 22262-2

Měrná hmotnost (hustota):

BIA 7487 – chryzotil = 2,6 g/cm³

amfiboly = 3,0 g/cm³

BIA-Handbuch 40. Lfg. XII/2001 -

chryzotil = 2,4 – 2,6 g/cm³

amfiboly = 2,8 – 3,6 g/cm³

WebMineral -chryzotile = 2,53 g/cm³

amfibole group = mean 3,35 g/cm³

actinolite = 2,98 – 3,1 g/cm³

tremolite = 2,9 – 3,2 g/cm³

amosite = 3,4 – 3,5 g/cm³

crocidolite = 3,4 g/cm³

anthophyllite = 2,85 – 3,57 g/cm³

ISO 22262-2 - chryzotile = 2,55

amosite = 3,43

crocidolite = 3,37

actinolite = 3,10

tremolite = 3,00

anthophyllite = 3,00

Arbeitsumfeldossier Asbest 120 205

Tabelle 2:
Eigenschaften der Asbeste (nach [2 bis 4])

Eigenschaft	Chryzotil	Krokydolith	Amosit	Anthophyllit	Aktinolith	Tremolit
Kristallstruktur	monoklin	monoklin	monoklin	rhombisch	monoklin	monoklin
Dichte [g/cm ³]	2,4-2,6	2,8-3,4	3,1-3,6	2,8-3,2	3,0-3,2	2,9-3,2
Umweltverhalten

4 Berechnung der Analysenergebnisse

Zunächst wird für jede gefundene Asbestfaser das Partikelvolumen berechnet:

$$V_i(\text{Chryzotil}) = k(\text{Chryzotil}) \cdot L_i \cdot D_i^2 \text{ mit } k(\text{Chryzotil}) = \frac{\pi}{4}$$

$$V_j(\text{Amphibol}) = k(\text{Amphibol}) \cdot L_j \cdot D_j^2 \text{ mit } k(\text{Amphibol}) = 0,33$$

k = Formfaktor für den Partikelquerschnitt.

Die Fasermasse auf dem Kernporenfilter ist

$$M_F(\text{Chryzotil}) = k(\text{Chryzotil}) \cdot \sum_i L_i D_i^2 \cdot \rho(\text{Chryzotil}) \cdot \frac{A}{N \cdot a} \cdot 10^{-12} \text{ [g]}$$

$$M_F(\text{Amphibol}) = k(\text{Amphibol}) \cdot \sum_j L_j D_j^2 \cdot \rho(\text{Amphibol}) \cdot \frac{A}{N \cdot a} \cdot 10^{-12} \text{ [g]}$$

mit $\rho(\text{Chryzotil}) = 2,6 \text{ g/cm}^3$

$\rho(\text{Amphibol}) = 3,0 \text{ g/cm}^3$

A = effektive Filterfläche in mm²

N = Anzahl der ausgewerteten Bildfelder

a = Fläche eines Bildfeldes in mm²

L = Faserlänge in μm

D = Faserbreite in μm

Der Massengehalt an Chryzotilfasern ergibt sich zu

$$P(\text{Chryzotil}) = \frac{M_F(\text{Chryzotil}) \cdot V(\text{Suspension})}{M(\text{probe}) \cdot V(\text{Teil})} \cdot 100 \text{ [%]}$$

und entsprechend an Amphibolfasern

$$P(\text{Amphibol}) = \frac{M_F(\text{Amphibol}) \cdot V(\text{Suspension})}{M(\text{probe}) \cdot V(\text{Teil})} \cdot 100 \text{ [%]}$$

mit $V(\text{Suspension}) = \text{Volumen der Suspension [mL]}$

$M(\text{Probe}) = \text{Einwaage des Probenmaterials in der Suspension [g]}$

$V(\text{Teil}) = \text{Abpipettiertes Teilvolumen [mL]}$



Mohr-Vespály
vážky

Navážka vzorku $M_vz = 50$ mg 100 %
 Počet vláken $N = 92$ počet
 Průměr vláken $D = 1,5$ um
 Délka vláken $L = 25$ um
 Plocha obraz. pole $P_{pole} = 0,01$ mm²
 Počet prohlédnutých polí $N_p = 100$ počet

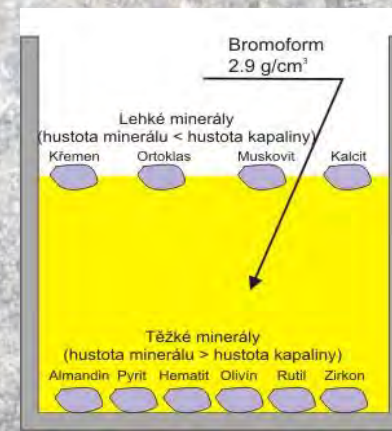
Typ azbestu	Předpis, zdroj	Suma Délka * Průměr 2 Li*Di ² *k	Měrná	Výsledná	Procenta proti BIA 7487	Procenta hmot. ve vzorku %hmot.
			hmotnost Density g/cm ³	hmotnost ug		
Chrysotile	BIA 7487	67740,75	2,60	66,928	100	0,134
Chrysotile	BIA-Handbuch 40. Lfg. XII/2001	67740,75	2,40	61,780	92,31	0,124
Chrysotile	WebMineral	67740,75	2,53	65,126	97,31	0,130
Chrysotile	ISO 22262-2	67740,75	2,55	65,641	98,08	0,131
Amfibole	BIA 7487	28462,5	3,00	32,447	100	0,065
Amfibole	BIA-Handbuch 40. Lfg. XII/2001	28462,5	3,20	34,610	106,67	0,069
Amfibole	WebMineral	43125	3,35	54,898	169,19	0,110
Amfibole	ISO 22262-2 actinolite	43125	3,10	50,801	156,57	0,102
Amfibole	ISO 22262-2 amosite	43125	3,43	56,209	173,23	0,112
Amfibole	ISO 22262-2 crocidolite	43125	3,37	55,226	170,20	0,110

BIA 7487 k - formfaktor pro chryzotil $k = \pi/4 = 0,7854$

k - formfaktor pro amfiboly $k = 0,33$

ISO 22262-2 G - geometric cross-section shape factor for the chrysotile $G = 0,7854$

G - geometric cross-section shape factor for the amfiboles $G = 0,5$



Kvantifikace azbestu – početní koncentrace resp. vláken



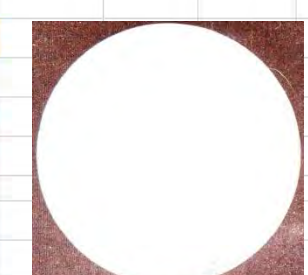
SKC				
Průměr filtru fyzický v mm	25			
Průměr filtru efektivní v mm	22.2000	21.99615	22.0000	21.9000
Efektivní plocha MF v mm ²	387.076	380.000	380.133	376.685



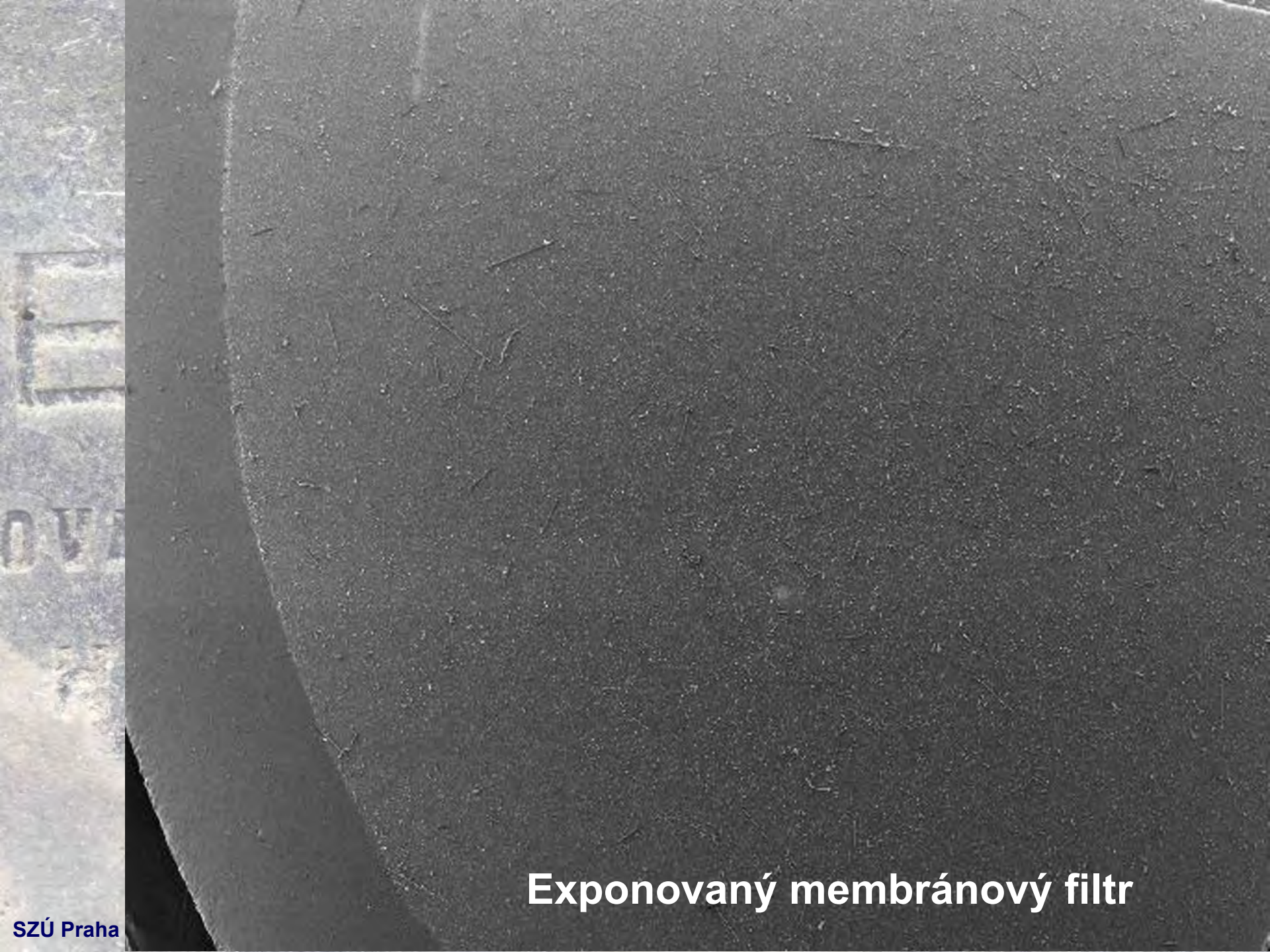
Pall Gelman				
Průměr filtru fyzický v mm	25			
Průměr filtru efektivní v mm	21.7			
Efektivní plocha MF v mm ²	369.836			



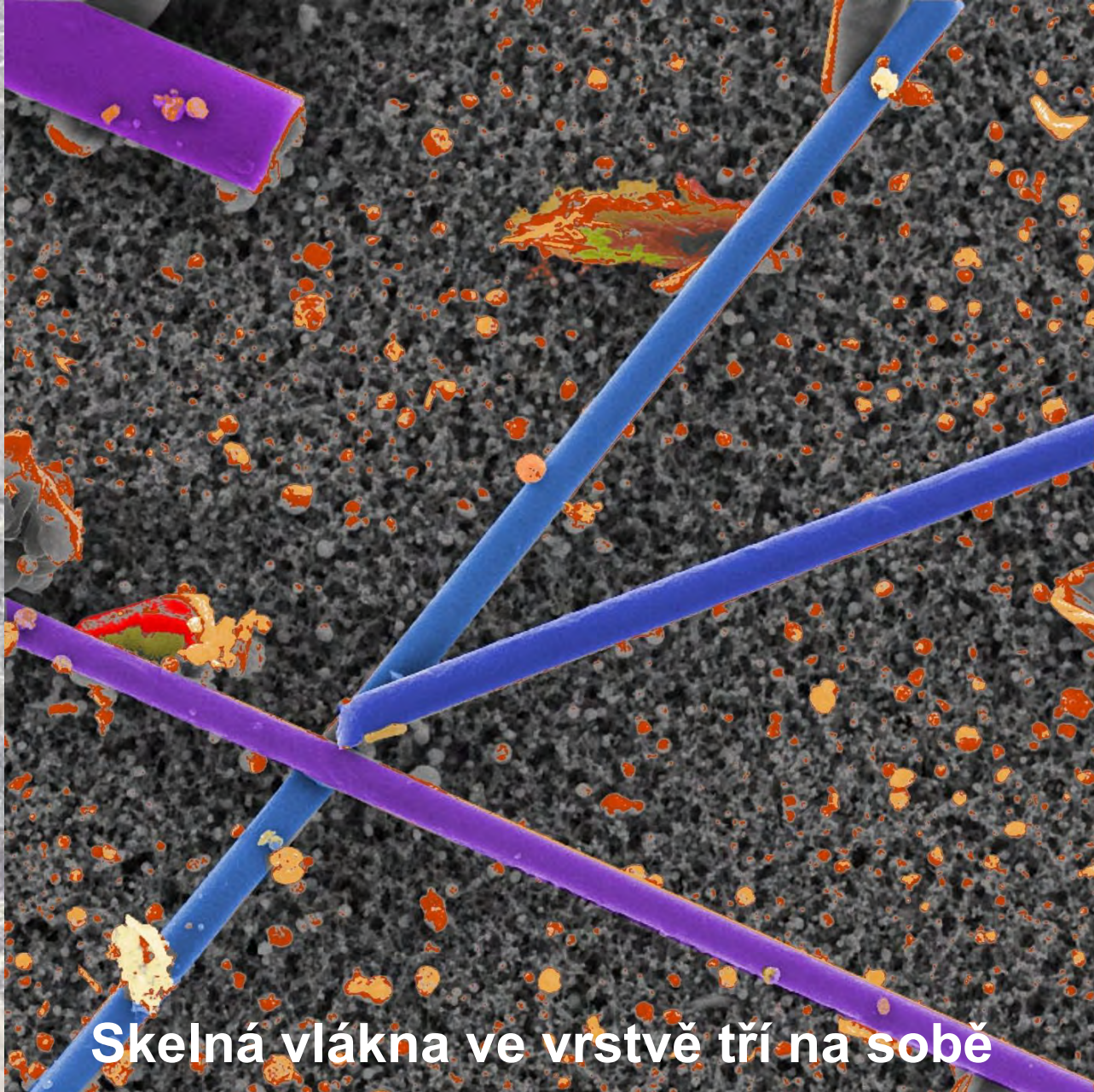
Millipore				
Průměr filtru fyzický v mm	25			
Průměr filtru efektivní v mm	24			
Efektivní plocha MF v mm ²	452.389			
Průměr filtru fyzický v mm	37			
Průměr filtru efektivní v mm	36			
Efektivní plocha MF v mm ²	1017.876			





SEM HV: 22.0 kV WD: 15.08 mm
 View field: 2.84 mm Det: SE + BSE 500 μm
 SEM MAG: 100 x Date(m/d/y): 10/15/14 Homola Petr Ing. ZU



Exponovaný membránový filtr



Skelná vlákna ve vrstvě tři na sobě

SEM HV: 22.0 kV	WD: 15.16 mm		VEGA3 TESCAN
View field: 142 µm	Det: SE + BSE	20 µm	
SEM MAG: 2.00 kx	Date(m/d/y): 10/14/14	Homola Petr Ing., ZU Usti n/L, ZL Hradec Kralove	

Chuchvalce skelných vláken – **pravděpodobnost** **pravděpodobně selhala**



SEM HV: 22.0 kV	WD: 15.02 mm	VEGA3 TESCAN
View field: 68.7 μ m	Det: SE + BSE	20 μ m
SEM MAG: 4.14 kx	Date(m/d/y): 11/27/14	Homola Petr Ing., ZU Usti n/L, ZL Hradec Kralove

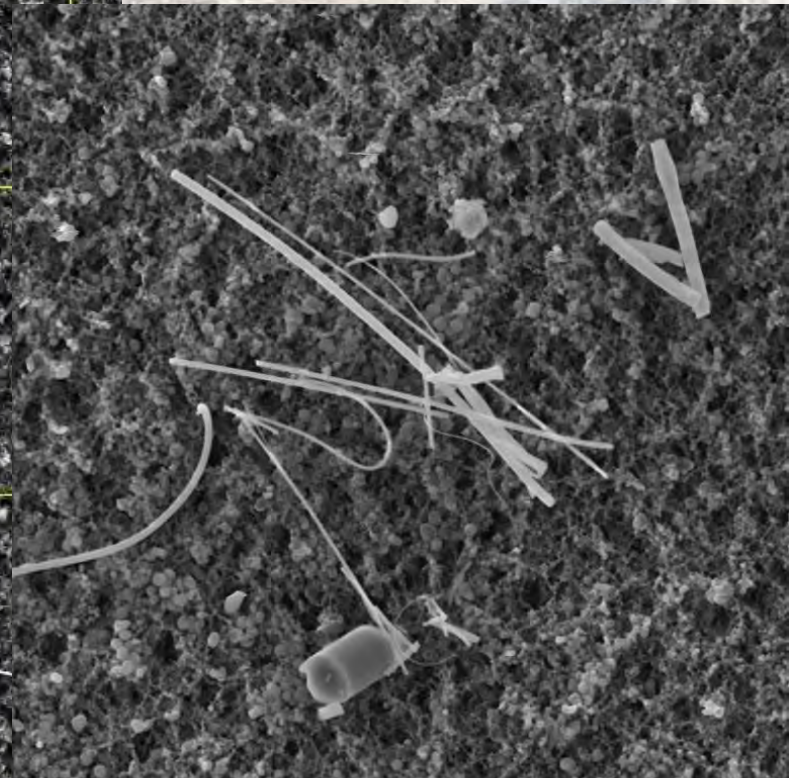
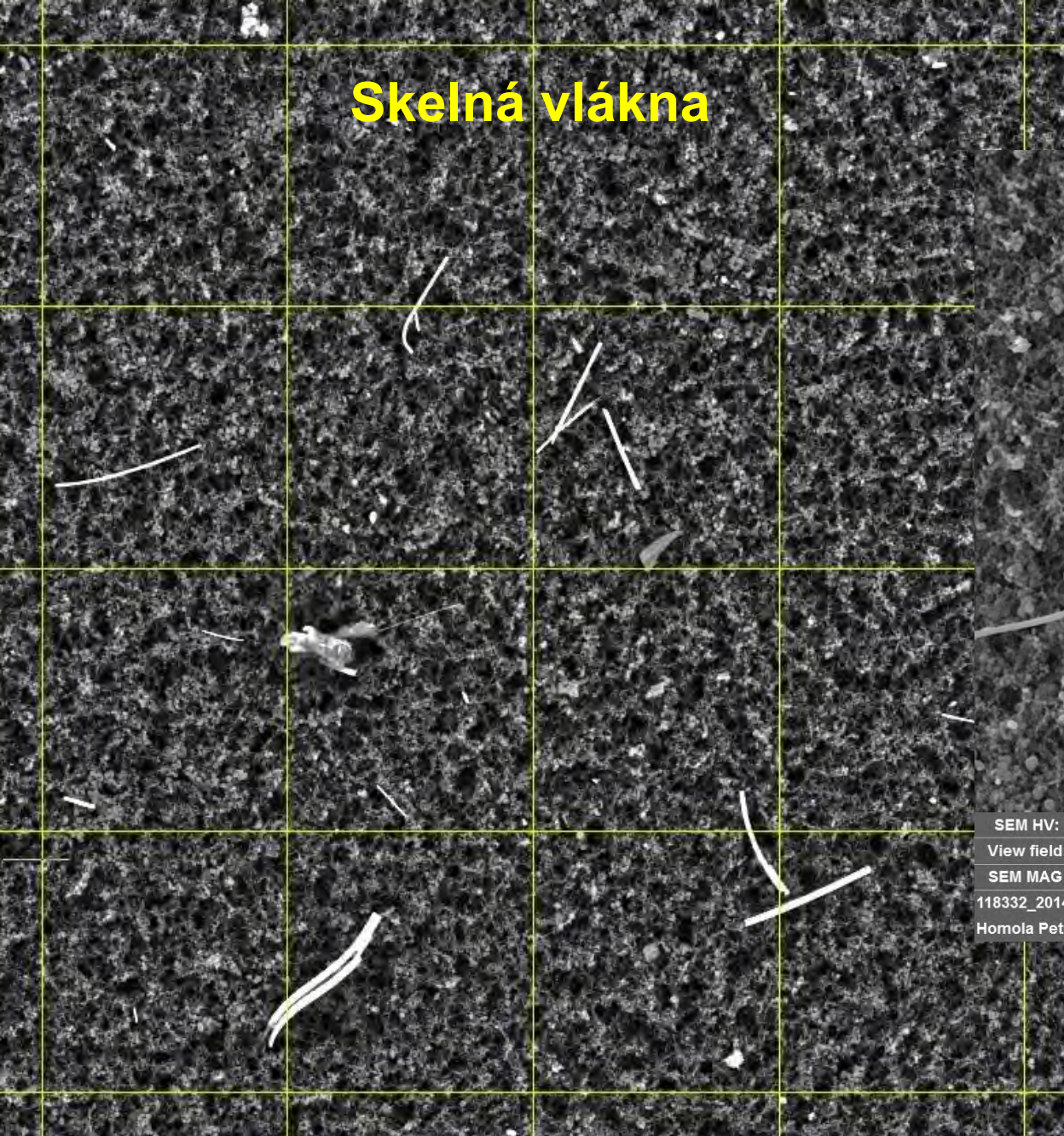
118334_2014_Skelna_vlakna
Homola Petr Ing.



SEM HV: 22.0 kV	WD: 15.10 mm	VEGA3 TESCAN
View field: 82.5 μ m	Det: SE + BSE	20 μ m
SEM MAG: 3.45 kx	Date(m/d/y): 11/27/14	Homola Petr Ing., ZU Usti n/L, ZL Hradec Kralove

118334_2014_Skelna_vlakna
Homola Petr Ing.

Skelná vlákna



SEM HV: 22.0 kV	WD: 15.03 mm		VEGA3 TESCAN
View field: 137 µm	Det: SE + BSE	20 µm	
SEM MAG: 2.08 kx	Date(m/d/y): 11/27/14	Homola Petr Ing., ZU Usti n/L, ZL Hradec Kralove	

118332_2014_Skelná_vlakna
Homola Petr Ing.



SEM HV: 22.0 kV	WD: 15.10 mm		VEGA3 TESCAN
View field: 435 µm	Det: SE + BSE	100 µm	Homola Petr Ing., ZU Usti n/L, ZL Hradec Kralove



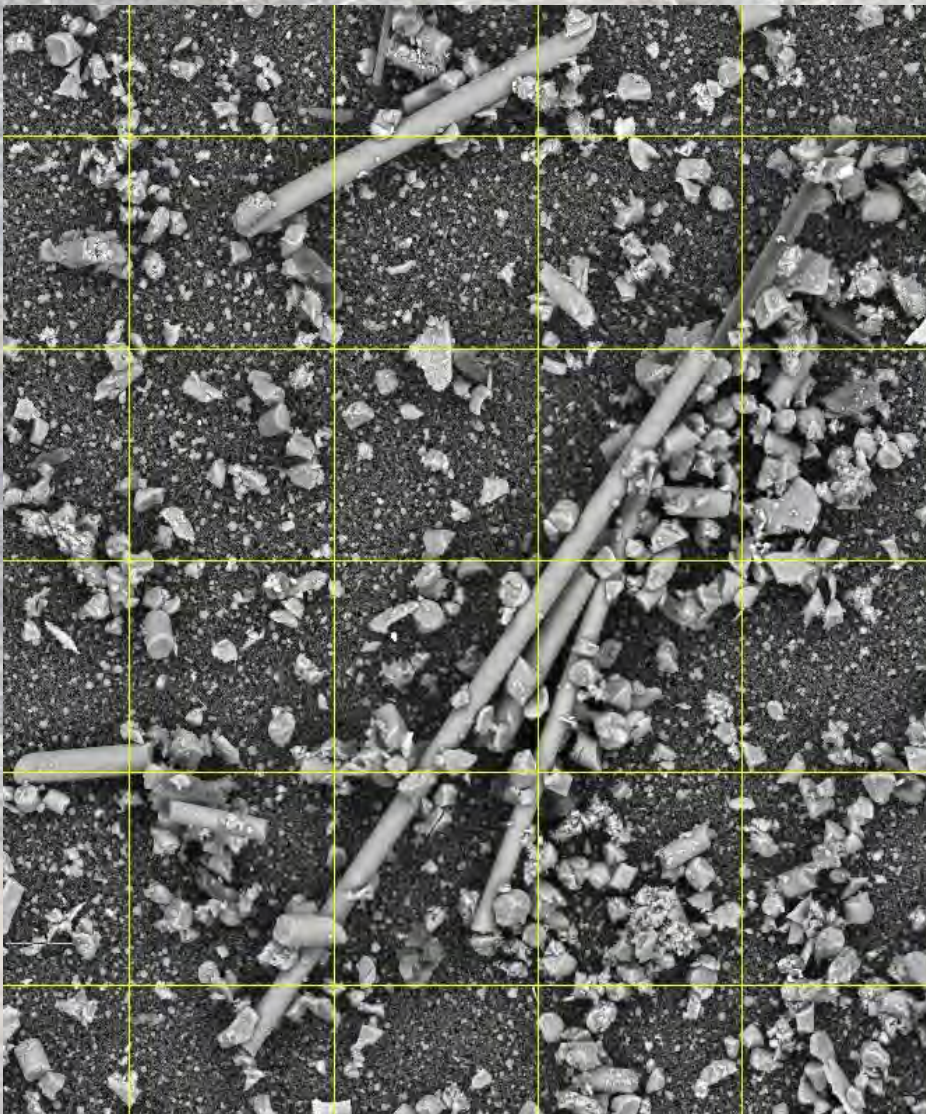
Chryzotil na skupině skelných vláken z asfaltové lepenky

SEM HV: 22.0 kV	WD: 14.87 mm	VEGA3 TESCAN
View field: 94.8 μ m	Det: SE	20 μ m
SEM MAG: 3.00 kx	Date(m/d/y): 10/29/14	Homola Petr Ing., ZU Usti n/L, ZL Hradec Kralove

Vlákna amfibolového azbestu na PC filtru

SEM HV: 25.0 kV	WD: 15.17 mm	
View field: 114 µm	Det: SE + BSE	20 µm
SEM MAG: 2.50 kx	Date(m/d/y): 12/03/13	Homola Petr Ing., ZU Usti n/L, ZL H
3 SEM 2-57 Q II		
Homola Petr Ing.		

SEM HV: 25.0 kV	WD: 5.89 mm		VEGA3 TESCAN
View field: 94.9 µm	Det: SE + BSE	20 µm	
SEM MAG: 3.00 kx	Date(m/d/y): 01/15/14	Homola Petr Ing., ZU Usti n/L, ZL Hradec Kralove	



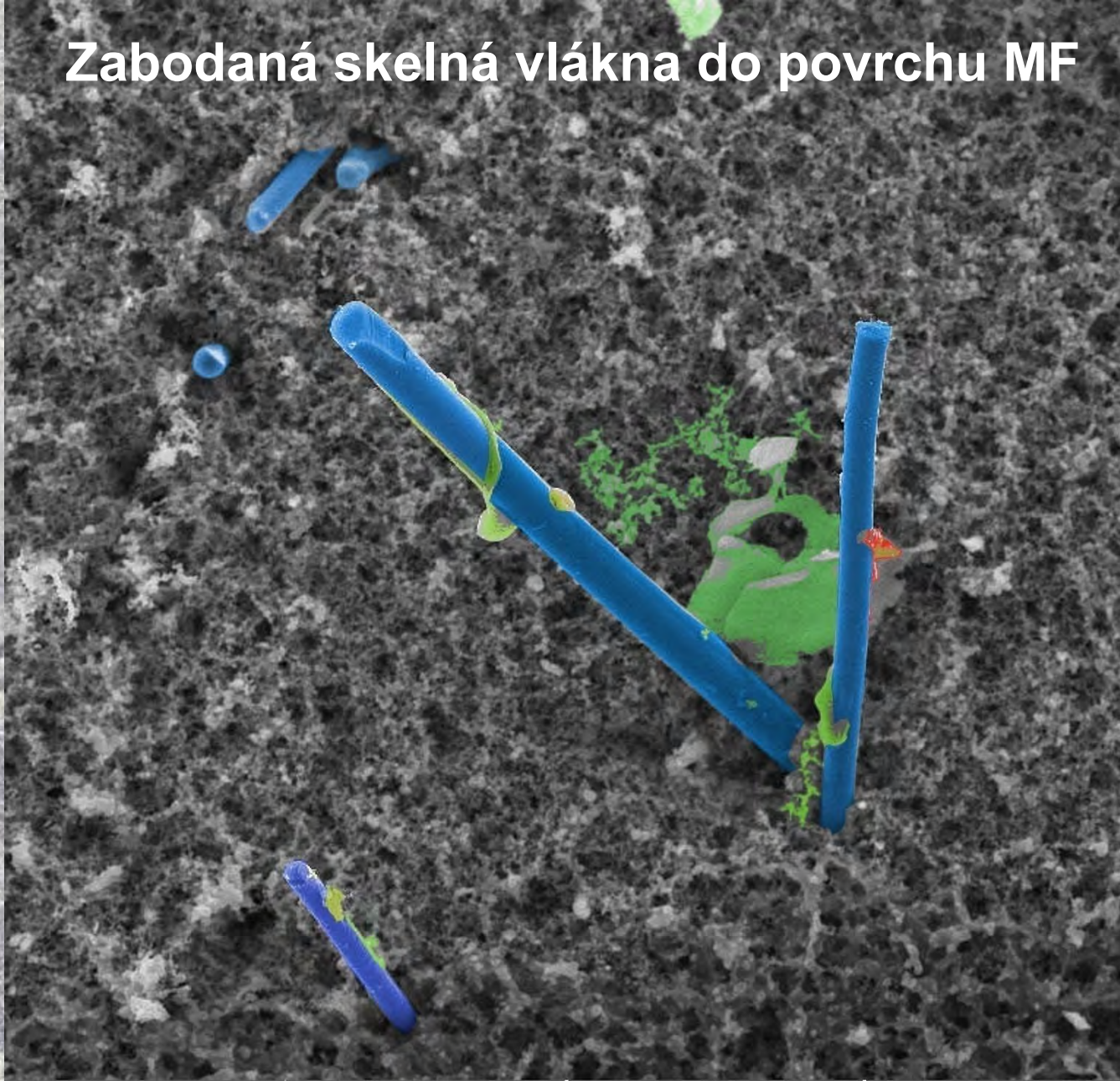
SEM HV: 22.0 kV WD: 15.17 mm VEG
View field: 524 µm Det: SE + BSE 100 µm Homola Petr Ing., ZU Usti n/L, i



Skelná vlákna - masivně

Keramická vlákna a jejich drt'

Zabodaná skelná vlákna do povrchu MF



SEM HV: 22.0 kV

WD: 15.03 mm

View field: 189 μm

Det: SE + BSE

SEM MAG: 1.51 kx

Date(m/d/y): 10/31/14

50 μm

VEGA3 TESCAN

Homola Petr Ing., ZU Usti n/L, ZL Hradec Kralove



Skelná vlákna z lepenky

SEM HV: 22.0 kV	WD: 15.00 mm		VEGA3 TESCAN
View field: 11.5 mm	Det: SE + BSE	2 mm	
SEM MAG: 25 x	Date(m/d/y): 10/30/14	Homola Petr Ing., ZU Usti n/L, ZL Hradec Kralove	

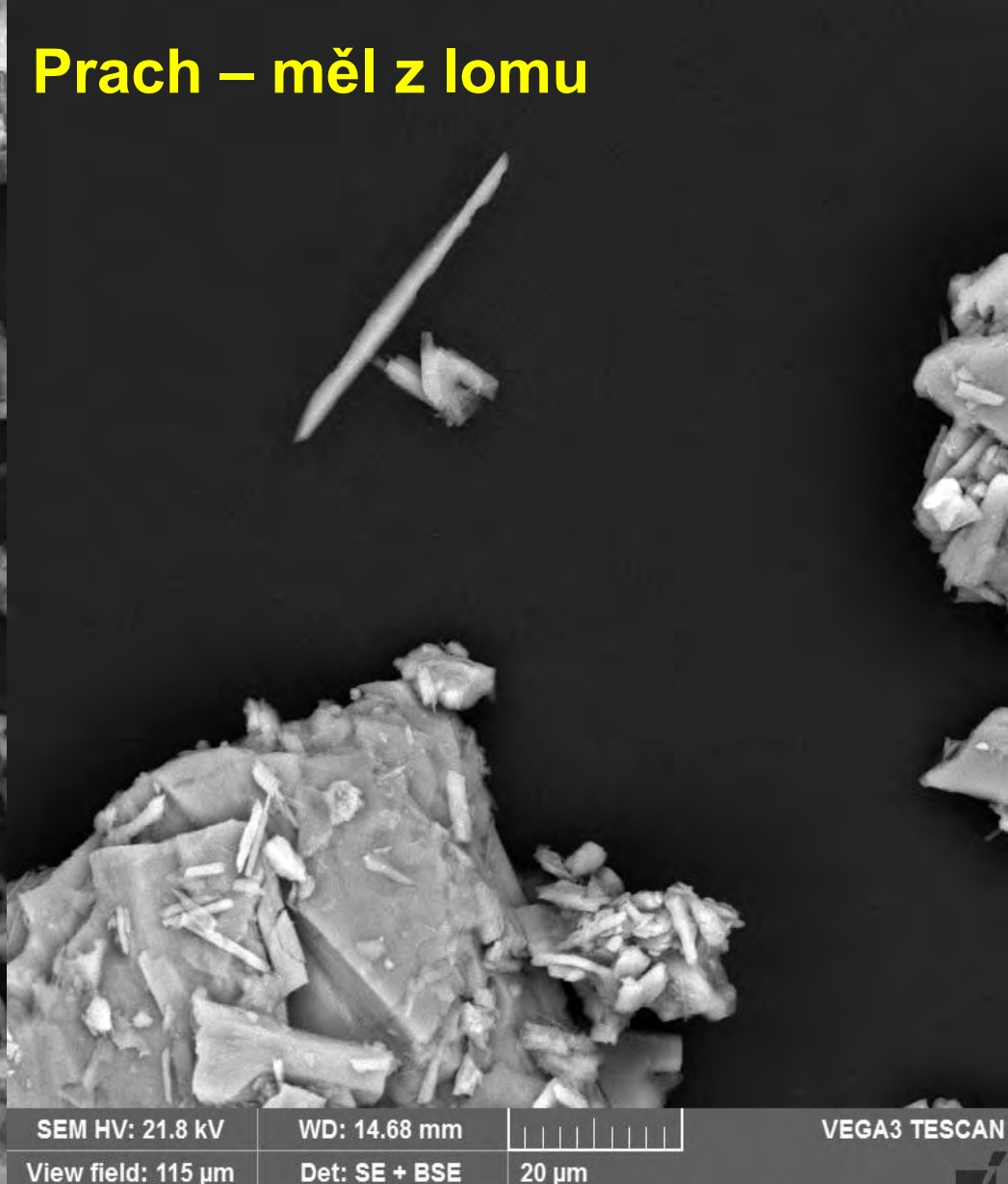
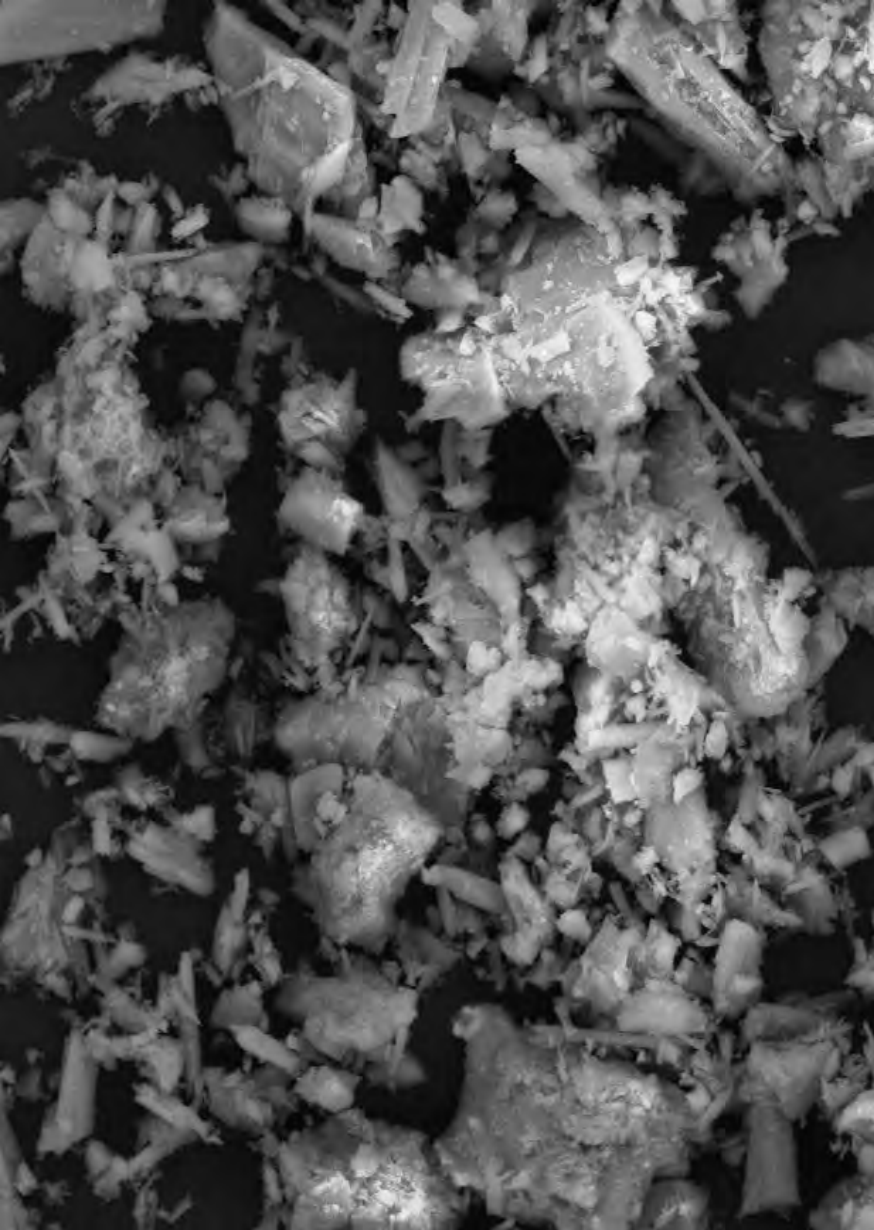


Prach – měl z lomu

SEM HV: 25.2 kV	WD: 15.18 mm		VEGA3 TESCAN
View field: 143 µm	Det: SE + BSE	20 µm	
SEM MAG: 2.00 kx	Date(m/d/y): 04/09/14	Homola Petr Ing., ZU Usti n/L, ZL Hradec Kralove	

Kamen azbest
Homola Petr Ing.

Prach – měl z lomu



SEM HV: 25.0 kV	WD: 15.08 mm	
View field: 142 µm	Det: SE + BSE	20 µm
SEM MAG: 2.00 kx	Date(m/d/y): 04/10/14	

SEM HV: 21.8 kV	WD: 14.68 mm
View field: 115 µm	Det: SE + BSE
SEM MAG: 2.46 kx	Date(m/d/y): 04/14/14

	VEGA3 TESCAN
20 µm	Homola Petr Ing., ZU Usti n/L, ZL Hradec Kralove

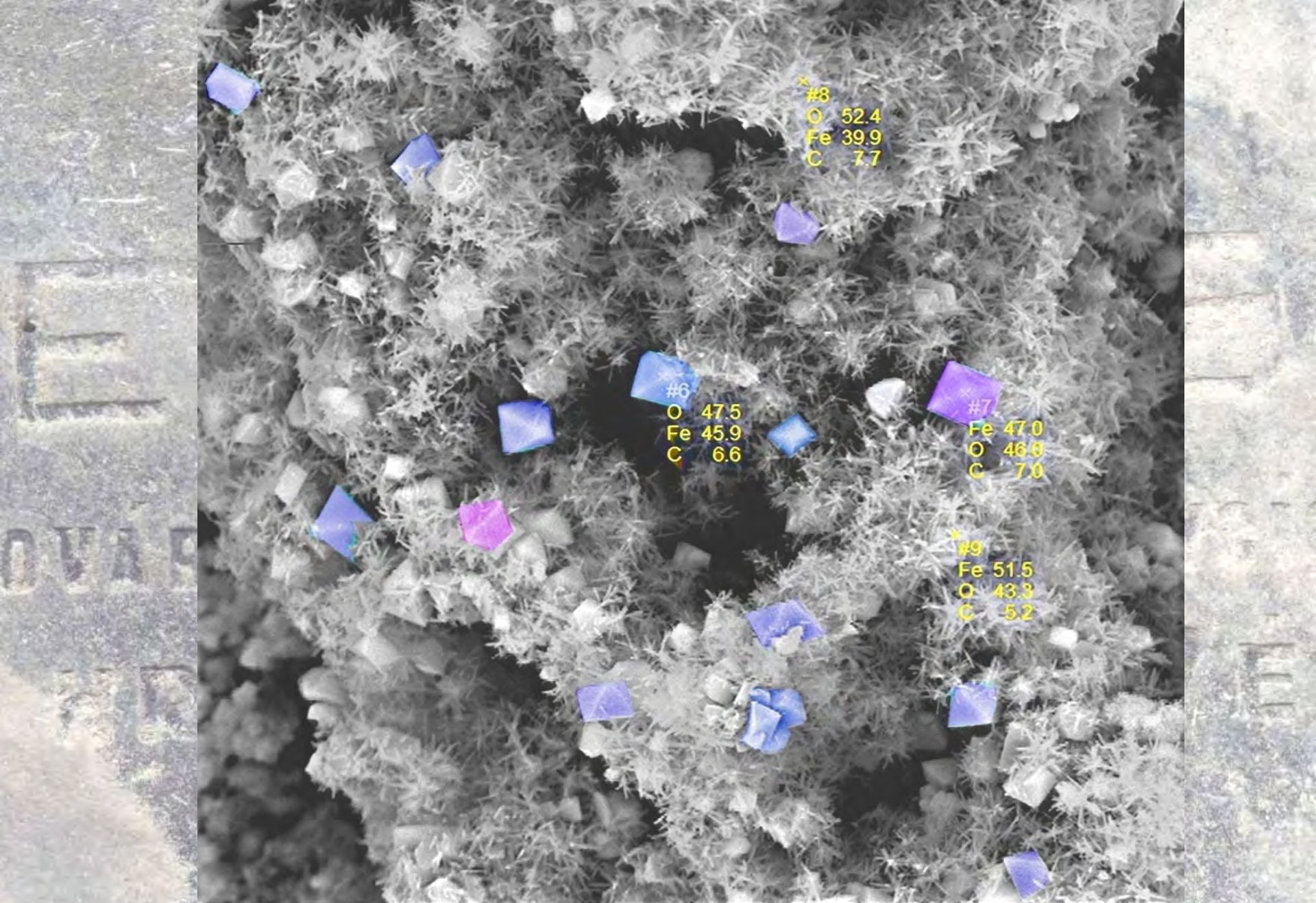
27746_2014_c10
Homola Petr Ing.



SEM HV: 23.4 kV	WD: 15.15 mm	VEGA3 TESCAN
View field: 188 µm	Det: SE + BSE	50 µm
SEM MAG: 1.51 kx	Date(m/d/y): 04/30/14	Homola Petr Ing., ZU Usti n/L, ZL Hradec Kralove

38643_2014_Laubova
Homola Petr Ing.

Pamatováček



#8
O 52.4
Fe 39.9
C 7.7

#6
O 47.5
Fe 45.9
C 6.6

#7
Fe 47.0
O 46.8
C 7.0

#9
Fe 51.5
O 43.3
C 5.2

SEM HV: 23.4 kV	WD: 14.83 mm	VEGA3 TESCAN	
View field: 46.9 µm	Det: SE + BSE	10 µm	Homola Petr Ing., ZU Usti n/L, ZL Hradec Kralove