

Feeding a press with
aluminium ▶

Beschickung einer Presse
mit Aluminium

Quick detection of asbestos

- ▶ Asbestos-free fibre cement waste is increasingly obtained during the rehabilitation or demolition of buildings. This waste does not particularly require monitoring, as opposed to the products containing asbestos manufactured before the production prohibitions for building construction in 1991 and for civil engineering in 1994. Therefore it will be necessary to utilize this waste correctly sorted.

Schnelle Detektion von Asbest

- ▶ Bei der Sanierung oder dem Abbruch von Gebäuden erhält man zunehmend asbestfreie Faserzementabfälle. Diese Abfälle sind nicht besonders überwachungsbedürftig – im Unterschied zu den vor den Herstellungsverböten im Jahr 1991 für den Hochbau und 1994 für den Tiefbau produzierten asbesthaltigen Erzeugnissen. Deshalb besteht die Notwendigkeit sie sortenrein zu verwerten.

Author/Autor

Prof. Dr.-Ing.habil. Anette Mueller, Bauhaus-Universität Weimar

Dipl.-Ing. Marko Seidemann, Bauhaus-Universität Weimar, F. A. Finger-Institut für Baustoffkunde

Dipl.-Ing. Thomas Schnellert, Bauhaus-Universität Weimar, F. A. Finger-Institut für Baustoffkunde

Fibre cement products are flat or corrugated panels of small wall thicknesses made of cement, admixtures and fibres, which have been used, for example, as roof panels or facade lining in building construction already for many years. The utilization of fibre cement waste requires that it is clearly recognized as asbestos-free. Michatz [1] summarized the appropriate identification features, which provide information as to whether it is an asbestos-free product when preparing a demolition or during the demolition itself, without any metrological expenditure. This includes construction and calculation documents or a stamp on the panels with the addition NT (new technology), F (asbestos-free technology, asbestos-free) or C (clean). If such features cannot be found, it must be proved by means of microscopic or spectroscopic methods, which are described in the VDI guidelines, that it is an asbestos-free or asbestos-containing product. The necessary sample preparation as well as the measuring devices required are time consuming and expensive and they are not suitable for local measurements. The latest solution offered to overcome this situation is the application of the manual spectrometer PHAZIR Asbestos and its successor, the type microPHAZIR Asbestos. These mobile and robust manual spectrometers operating in the near-infrared range are suitable for the quick and non-destructive identification of asbestos-containing materials and asbestos types [2], [3]. They are both suitable for use in laboratories and at demolition sites or in the recycling industry. After launching the PHAZIR Asbestos at the end of 2008, the successor type microPHAZIR Asbestos was launched in March 2010. The latter unit is easier to handle and to use. The company analyticon instruments gmbh is exclusively responsible for sales in Germany. The investigations described in this article focus on the reliability of the asbestos identification of asbestos cement products with the manual spectrometer. Measurements were carried out on a large number of samples to determine the identification error. The kind of sample preparation and the sample moisture were tested as influencing factors. Fibre cement products had also been involved in the investigations to be able to provide information about the occurrence of faulty measurements. Investigations of roof and facade areas and of fragments taken from material supplied to recycling companies completed the test program.

Processes of asbestos identification according to the state of the art

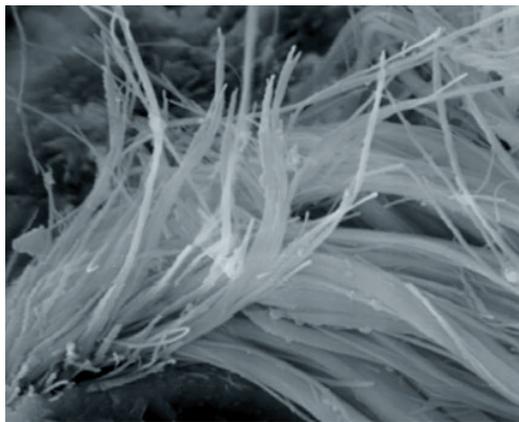
Asbestos minerals are magnesium hydrosilicates occurring in the terrestrial crust with the peculiarity of a fibrous morphology. The individual fibres have a length varying between 0.2 and 200 µm and a diameter amounting to 0.02 up to 4 µm. They are responsible for the reinforcement in asbestos cement products. In modern fibre cement products they are replaced by synthetic fibres.

Faserzementprodukte sind aus Zement, Zusatzstoffen und Fasern hergestellte ebene oder gewellte Tafeln mit geringen Wandstärken, die beispielsweise im Hochbau als Dachbedeckungen oder als Fassadenverkleidungen eingesetzt werden. Die Verwertung von Faserzementabfällen setzt voraus, dass sie klar als asbestfrei erkannt werden. Geeignete Erkennungsmerkmale, die bei der Vorbereitung eines Rückbaus bzw. beim Rückbau selbst ohne messtechnischen Aufwand Auskunft darüber geben, ob ein asbestfreies Produkt vorliegt, sind von Michatz [1] zusammengestellt. Dazu zählen Bau- und Rechnungsunterlagen oder Prägestempel auf den Platten mit dem Zusatz NT (Neue Technologie), F (Asbestfreie Technologie, asbestfrei) oder C (clean = asbestfrei). Können solche Merkmale nicht gefunden werden, muss der Nachweis, ob ein asbestfreies oder ein asbesthaltiges Produkt vorliegt, mit mikroskopischen oder spektrometrischen Methoden geführt werden, wie sie in der VDI-Richtlinie beschrieben sind. Die dafür notwendige Probenpräparation und die erforderlichen Messeinrichtungen sind zeit- und kosten-

The utilization of fibre cement waste requires that it is recognized as asbestos-free

aufwändig sowie nicht für Vor-Ort-Messungen geeignet. Eine Lösung zur Überwindung dieser Situation bietet sich seit neuestem mit der Anwendung des Handspektrometers PHAZIR Asbestos bzw. seinem Nachfolgemodell microPHAZIR Asbestos an. Diese mobilen, robusten Handspektrometer, die im Nahinfrarotbereich arbeiten, eignen sich zur schnellen und zerstörungsfreien Identifizierung von asbesthaltigen Materialien und von Asbesttypen [2], [3]. Sie eignen sich für den Einsatz im Labor ebenso wie für den Einsatz auf Abbruchbaustellen oder in der Recyclingindustrie. Nach der Einführung des PHAZIR Asbestos Ende 2008, ist im März 2010 das Nachfolgemodell microPHAZIR Asbestos auf den Markt gekommen. Dieses Gerät ist handlicher und einfacher in der Anwendung. Den Vertrieb dieser Geräte hat exklusiv in Deutschland die Firma analyticon instruments gmbh.

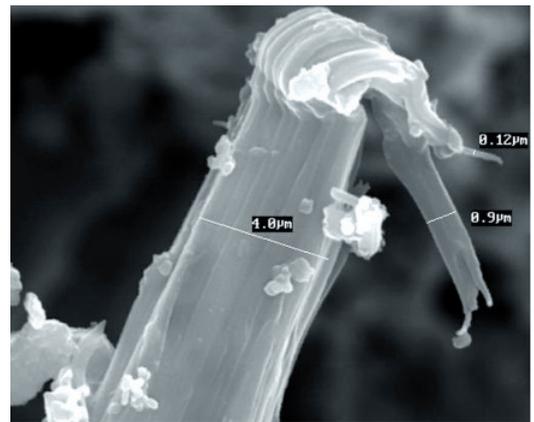
In den hier beschriebenen Untersuchungen stand die Zuverlässigkeit der Asbestidentifizierung an Asbestzementprodukten mit dem Handspektrometer im Mittelpunkt. An einer großen Anzahl von Proben wurden Messungen durchgeführt, um den Identifikationsfehler zu ermitteln. Dabei wurden die Art der Probenpräparation und die Probenfeuchte als Einflussgrößen getestet. Faserzementprodukte wurden ebenfalls in die Untersuchungen einbezogen, um Aussagen zum Auftreten von Fehlmessungen machen zu können. Untersuchungen an Dach- und Fassadenflächen bzw. an Bruchstücken, die dem Anlieferungsmaterial eines Recyclingunternehmens entnommen wurden, vervollständigen das Versuchsprogramm.



1 (left/links) ▶

Asbestos fibre in a sample of asbestos cement magnified 5000 times, taken from [4]

Asbestfaser in einer Asbestzementprobe in 5000-facher Vergrößerung, entnommen aus [4]



2 (right/rechts)

Synthetic fibre in a sample of fibre cement magnified 5000 times, taken from [4]

Kunststofffaser in einer Faserzementprobe in 5000-facher Vergrößerung, entnommen aus [4]

The **Figures 1 and 2** show how different asbestos minerals, on the one hand and synthetic fibres, on the other hand, appear in the scanning electron microscope. The fibre diameters differ at least by one decimal power.

Asbestos proof procedures that can be applied in laboratories are described in the VDI guideline 3866, p. 1 to 5 [5]. They are based on infrared spectroscopic and microscopic methods, respectively, (**Table 1**). A sample preparation is necessary in all cases, which is described in page 1. The first step recommended in this guideline is a primary crushing of compact samples, e.g. with a pair of pliers. Further crushing can be carried out in a manually operated mortar or in a mill depending on the analysis method chosen and the expected asbestos content. If a spectroscopic method is chosen, it is always necessary to finely grind the material and then to manufacture potassium bromide pellets adding the analysis sample.

Verfahren zur Asbesterkennung nach Stand der Technik

Asbeste sind in der Erdkruste vorkommende Magnesiumhydroxysilikate mit der Besonderheit einer faserförmigen Morphologie. Die einzelnen Fasern sind zwischen 0,2 und 200 µm lang und haben einen Durchmesser von 0,02 bis 4 µm. In Asbestzementprodukten übernehmen sie die Funktion der Bewehrung. In modernen Faserzementprodukten sind Kunststofffasern an ihre Stelle getreten.

Im **Bild 1** und im **Bild 2** ist dargestellt, wie unterschiedlich die Erscheinungsbilder von Asbest einerseits und Kunststofffasern andererseits im Rasterelektronenmikroskop sind. Die Faserdurchmesser unterscheiden sich mindestens um eine Zehnerpotenz. Asbestnachweisverfahren, die im Labor zur Anwendung kommen können, sind in der VDI-Richtlinie 3866, Blatt 1 bis 5 beschrieben [5]. Sie basieren auf infrarotspektroskopischen bzw. mikroskopischen

Table 1 ▶

Determination of asbestos in technical products according to the VDI guideline 3866 [5]

<p>Page 2</p>	<p>Infrared spectroscopic procedure in the spectral range of 2.5 up to 50 µm The asbestos content and the type of asbestos are determined on the basis of characteristic bands of the asbestos types in the spectral range of the infrared spectroscopy. The procedure has been tested for the asbestos types chrysotile, crocidolite and amosite. Contents of chrysotile from 1 % and of amphibole asbestos from 5 % can be proved quantitatively.</p>
<p>Page 4</p>	<p>Phase-contrast microscopic method This method is based on the characteristic fibrous morphology of asbestos, the proof of birefringence and the differences of the refractive indexes of different types of asbestos. The detection limit is 1 %. Semiquantitative estimations are possible.</p>
<p>Page 5</p>	<p>Scanning electron microscopy by means of SEM/EDXA Asbestos is identified on the basis of the morphology. With a magnification of 5000 times, asbestos fibres can be clearly identified. The type of asbestos is determined on the basis of the element composition measured by means of the energy-dispersive X-ray analysis. The detection limit is 1 %. The procedure is suitable to estimate the asbestos content of the sample.</p>

The procedures described are considerably time consuming and require a high expenditure. Consequently, local analyses are not possible to identify asbestos-containing products.

Fundamentals of asbestos detection by means of the near-infrared spectroscopy

The above-described methods consisting of sampling, sample preparation and the following measurement lead to reliable results. It is possible to prove asbestos contents up to 1 %. However, these methods are impracticable for local investigations aiming at the differentiation between asbestos-free and asbestos-containing roof and facade panels. For this case analysts operating on the basis of the near-infrared spectroscopy (NIR) could be used.

The NIR spectroscopy makes use of the spectral range of 800 nm up to 2500 nm of the electromagnetic spectrum. The lumpy or powdery sample to be analysed is irradiated with light. The molecules of the sample are oscillated due to the adsorption of the radiation. The molecular composition of the sample can be inferred from the reflected radiation, which is analysed by means of a spectrometer. Up to now the application of the NIR analysis has been focussed on agriculture, the food and chemical industries as well as on pharmacy. However, it is also possible with this method to detect minerals that contain OH groups in their structure on the basis of their characteristic spectra [6], [7].

When identifying asbestos by means of the PHAZIR Asbestos, the diffuse light reflected by the sample is analysed in the spectral range of 1321.1 up to 1448.9 nm. It can be detected whether asbestos

Methoden (Tabelle 1). In jedem Fall ist eine Probenaufbereitung erforderlich, die im Blatt 1 beschrieben wird. In dieser Richtlinie wird als erster Schritt eine Vorzerkleinerung von kompakten Proben beispielsweise mit einer Zange empfohlen. Die weitere Zerkleinerung kann dann in Abhängigkeit von der gewählten Analysenmethode und dem erwarteten Gehalt an Asbest in einem Handmörser oder in einer Mühle erfolgen. Wird ein spektroskopisches Verfahren gewählt, müssen immer eine feine Aufmahlung und eine anschließende Herstellung von Kaliumbromidpresslingen unter Zugabe der Analysenprobe erfolgen.

Die beschriebenen Verfahren verursachen einen erheblichen Zeit- und Kostenaufwand. Vor-Ort-Analysen zur Identifizierung asbesthaltiger Produkte sind damit nicht möglich.

Grundzüge der Asbesterkennung mittels Nah-Infrarot-Spektroskopie

Die oben beschriebenen Methoden – bestehend aus Probenahme, Probenpräparation und anschließender Messung – liefern zuverlässige Ergebnisse. Asbestgehalte bis 1 % können nachgewiesen werden. Für Vor-Ort-Untersuchungen mit dem Ziel der Unterscheidung zwischen asbestfreien und asbesthaltigen Dach- oder Fassadenplatten sind sie wenig praktikabel. Für diesen Fall bietet sich die Anwendung von Analysatoren auf der Basis der Nah-Infrarot-Spektroskopie (NIR) an.

Die NIR-Spektroskopie nutzt den Wellenlängenbereich des elektromagnetischen Spektrums von 800 nm bis 2500 nm. Die zu analysierende, stückige oder pulvrige Probe wird mit Licht bestrahlt. Durch die

◀ Tabelle 1

Bestimmung von Asbest in technischen Produkten nach der VDI-Richtlinie 3866 [5]

Blatt 2

Infrarotspektroskopisches Verfahren im Wellenlängenbereich von 2,5 bis 50 µm

Der Asbestgehalt und die Asbestart werden anhand charakteristischer Banden der Asbestarten im Wellenlängenbereich der Infrarotspektroskopie bestimmt. Das Verfahren ist für die Asbestarten Chrysotil, Krokydolith und Amosit erprobt. Gehalte von Chrysotil ab 1 % und von Amphibolasbest ab 5 % können quantitativ nachgewiesen werden.

Blatt 4

Phasenkontrastmikroskopisches Verfahren

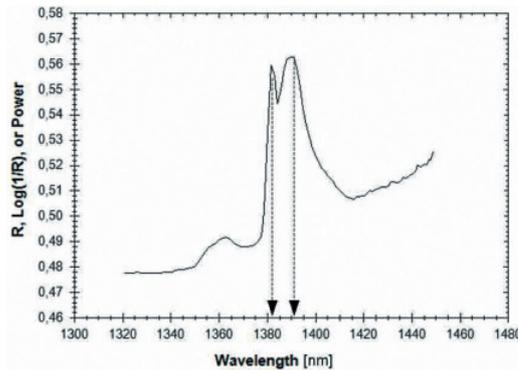
Das Verfahren beruht auf der charakteristischen faserförmigen Morphologie von Asbest, dem Nachweis von Doppelbrechung und den Unterschieden der Brechungsindices verschiedener Asbestarten. Die Nachweisgrenze liegt bei 1 %. Halbquantitative Abschätzungen sind möglich.

Blatt 5

Rasterelektronenmikroskopisches Verfahren mittels REM/EDXA

Die Identifizierung von Asbest erfolgt anhand der Morphologie. Bei 5.000facher Vergrößerung sind Asbestfasern eindeutig erkennbar. Die Bestimmung der Asbestart erfolgt anhand der mittels energiedispersiver Röntgenanalyse gemessenen Elementzusammensetzung. Die Nachweisgrenze liegt bei 1 %. Das Verfahren eignet sich zur Abschätzung des Asbestgehaltes der Probe.

3
 NIR spectrum of a fabric containing at least 40 % chrysotile
 NIR-Spektrum eines Gewebes mit einem Gehalt an Chrysotil von mindestens 40 %



exists and what kind of asbestos mineral it is by means of a comparison with internally stored spectra of the different asbestos minerals. The detection limit is an asbestos content of 1 %.

Figure 3, as an example, shows the typical spectrum of an asbestos-containing material that was plotted by means of the manual spectrometer and which contained at least 40 % of chrysotile according to the scanning electron reference measurements. The measured reflectivity $\log(1/R)$ is represented as a function of the wavelength. The characteristic feature of this asbestos mineral, which is predominantly used in asbestos cement products and others, is the double band at 1382 and 1391 nm.

Potential disturbance factors for the identification of asbestos may be subdivided into those hindering the detection and those “simulating” the existence of asbestos. A hindrance may be due to the fact that the fibres to be analysed are not “visible” for the spectrometer, e.g. due to surface coating or contamination. Therefore, they have to be eliminated by a suitable sample preparation. The incorrect proof of asbestos in asbestos-free samples may be caused by silicate and also carbonate minerals, which have similar spectra to asbestos. This effect may occur with paints or coatings containing talc or other mineral fillers.

Adsorption der Strahlung werden die Moleküle der Probe in Schwingungen versetzt. Aus der reflektierten Strahlung, die mit einem Spektrometer analysiert wird, kann auf die molekulare Zusammensetzung der Probe geschlossen werden. Der Schwerpunkt der Anwendung der NIR-Analyse lag bislang auf den Sektoren Landwirtschaft, Lebensmittelindustrie, chemischen Industrie und Pharmazie. Mit dieser Methode können aber auch Mineralien, die OH-Gruppen in ihrer Struktur enthalten, anhand ihrer charakteristischen Spektren erkannt werden [6], [7]. Bei der Identifizierung von Asbest mit dem PHAZIR Asbestos wird das diffus von der Probe reflektierte Licht im Wellenlängenbereich von 1321,1 bis 1448,9 nm analysiert. Durch den Vergleich mit intern gespeicherten Spektren der verschiedenen Asbestminerale kann festgestellt werden, ob Asbest vorhanden ist und welches Asbestmineral vorliegt. Als Nachweisgrenze wird ein Asbestgehalt von 1 % angegeben.

Als Beispiel zeigt das **Bild 3** ein typisches Spektrum eines asbesthaltigen Materials, das mit dem Handpektrometer aufgenommen wurde und das nach rasterelektronischen Vergleichsmessungen mindestens 40 % Chrysotil enthält. Dargestellt ist das gemessene Reflexionsvermögen $\log(1/R)$ als Funktion der Wellenlänge. Das charakteristische Merkmal dieses Asbestminerals, welches ganz überwiegend in Asbestzementprodukten und darüber hinaus Anwendung fand, ist die Doppelbande bei 1382 und 1391 nm. Potentielle Störfaktoren für die Asbestidentifizierung können in solche, welche die Erkennung behindern, und solche, die das Vorliegen von Asbest „vortäuschen“, unterteilt werden. Eine Behinderung kann daraus resultieren, dass die zu analysierenden Fasern für das Spektrometer nicht „sichtbar“ sind, beispielsweise durch Oberflächenbeschichtungen oder Verschmutzungen. Diese müssen deshalb durch eine geeignete Probenpräparation entfernt werden. Der fälschliche Nachweis von Asbest an asbestfreien Proben kann durch silikatische aber auch carbonatische Minera-

4
 Survey of selected samples of asbestos cement
 Überblick über ausgewählte Proben aus Asbestzement



Michel [8] carried out comprehensive investigations as regards the reliability of the asbestos identification in building products by means of the PHAZIR. The result was that asbestos cements can be detected reliably with this device. Faulty identifications occurred in case of asbestos-containing products with dark and/or uneven surfaces as well as inhomogeneity of the fibre distribution in the product. The water content, however, did not have the expected disturbing influence. It is true that water contained in the sample leads to modifications of the spectra, but the asbestos minerals could be reliably detected all the same. It is particularly talc of the minerals with similar spectra that may cause the proof of asbestos in asbestos-free products.

Investigations to detect asbestos cement products by means of PHAZIR Asbestos

Investigated materials

A total of 50 samples of fibre cement and asbestos cement were selected for the investigations. They were panels without surface coating, coated and/or coloured and contaminated panels. Figures 4 and 5 show selected panels of different designs. Furthermore, other samples were included in the investigations. On the one hand, they were wall and roof panels, which were analysed in built-in conditions to test the practical feasibility of the analysis method. On the other hand, samples were investigated, which were taken from material supplied to an asbestos landfill or to a stationary recycling plant, respectively. Reference measurements by means of the scanning electron microscopy together with an energy-dispersive X-ray analysis were carried out on selected samples of fibre and asbestos cement and on all samples from practice.

Sample preparation

The samples, except those measured locally, were stored in the laboratory for several weeks so that a condition of a low equilibrium moisture content can

lien hervorgerufen werden, die ähnliche Spektren wie die Asbeste aufweisen. Dieser Effekt kann bei Farben oder Beschichtungen auftreten, die Talk oder andere mineralische Füllstoffe enthalten.

Von Michel [8] wurden umfangreiche Untersuchungen zur Zuverlässigkeit der Asbesterkennung mit dem microPHAZIR in Bauprodukten durchgeführt. Im Ergebnis wurde festgestellt, dass Asbestzemente damit zuverlässig erkannt werden können. Bei asbesthaltigen Produkten mit dunklen und/oder unebenen Probenoberflächen sowie Inhomogenitäten der Faserverteilung im Produkt traten Fehlidentifizierungen auf. Dagegen hatte der Wassergehalt nicht den erwarteten störenden Einfluss. In der Probe vorhandenes Wasser führt zwar zu Veränderungen der Spektren. Trotzdem konnten die Asbestminerale zuverlässig detektiert werden. Von den Mineralien mit ähnlichen Spektren kann insbesondere der Talk den Nachweis von Asbest in asbestfreien Produkten verursachen.

Untersuchungen zur Erkennung von Asbestzementprodukten mittels PHAZIR Asbestos

Untersuchungsmaterial

Für die Untersuchungen wurden insgesamt 50 Proben von Faserzement und Asbestzement ausgewählt. Dabei handelt es sich um Platten ohne Oberflächenbeschichtung, beschichtete und/oder gefärbte Platten und verschmutzte Platten. Ausgewählte Platten verschiedener Ausführungsformen sind im Bild 4 und Bild 5 dargestellt. Darüber hinaus wurden weitere Proben in die Untersuchungen einbezogen. Dabei handelt es sich zum einen um Wand- und Dachplatten, die im eingebauten Zustand analysiert wurden, um die Praxis-tauglichkeit der Analyse-methode zu überprüfen. Zum anderen wurden Proben, die aus der Anlieferung einer Asbestdeponie bzw. einer stationären Recyclinganlage entnommen wurden, untersucht. An ausgewählten Faser- und Asbestzementproben und an allen Praxisproben



5 Survey of selected samples of fibre cement
Überblick über ausgewählte Proben aus Faserzement



6 ▶

The manual spectrometer
PHAZIR Asbestos in use

Verwendetes
Handspektrometer
PHAZIR Asbestos

be assumed. They were labelled and prepared for measurement.

The surface of a sample is analysed by means of the NIR measurement. Therefore, a prerequisite for a correct measurement is that the fibres are accessible for the analysis. Contaminations and coating may prevent this and have to be removed for this reason by means of a sample preparation. In order to find the most suitable method for this, the following alternatives were tested during the preparation of the samples:

- No preparation, original state
- Mechanical removal of coatings, contaminations etc.
- Measurements at the breaking edge
- Mechanical removal of the surface layer, then application of dilute sulphuric acid.

The application of sulphuric acid should brighten the surface, in particular dark surfaces, to ensure a sufficient intensity of the reflected light for the

wurden Vergleichsmessungen mittels Rasterelektronenmikroskopie gekoppelt mit einer energiedispersiven Röntgenanalyse vorgenommen.

Probenvorbereitung

Die Proben wurden mit Ausnahme der Proben, die vor Ort vermessen wurden, über mehrere Wochen im Labor gelagert, so dass von einem ausgleichsfeuchten Zustand mit geringen Feuchtegehalten ausgegangen werden kann. Sie wurden beschriftet und zur Messung vorbereitet.

Mit der NIR-Messung wird die Oberfläche einer Probe analysiert. Voraussetzung für eine korrekte Messung ist deshalb, dass die Fasern für die Analyse zugänglich sind. Verschmutzungen und Beschichtungen können das verhindern und müssen deshalb durch eine Probenpräparation entfernt werden. Um die Methode zu ermitteln, die dafür am meisten geeignet ist, wurden bei der Präparation der Proben folgende Varianten untersucht:

analysis. According to data of the manufacturer, the required light intensity amounts to at least 5 %. So as to determine the influence of the sample moisture, the samples were moistened after the measurements in the dry state. The moistened samples were measured in the original state and after the removal of the coating.

The measurements

The manual spectrometer PHAZIR Asbestos was used for the investigations as shown in **Figure 6**. The automatic white balance, which is integrated in devices of the latest generation, was not possible with the analyzer used and had to be carried out manually.

The result of the measurements could be read off directly on the display of the device. The measured data were stored parallel and transferred to the computer via a USB interface and were evaluated.

The Phazir measurement proper does not require a lot of time. After establishing the operational readiness, a measurement was carried out five times on an area selected by chance or on the prepared area, respectively. The position of the spectrometer was shifted by minor distances of approx. 1 mm each. The data concerning the light intensity and the existence of asbestos appearing on the device display were noted or they were taken from the data stored in the memory.

The total duration of measurement per preparation type including preparation is approx. 15 minutes. After a careful removal of coatings or contaminations, the 5 individual measurements proper per preparation type were carried out, which took less than 5 minutes. After about 50 individual measurements, a white balance of the spectrometer was necessary.

Measurement results

During the first phase of investigations, measurements were carried out on a total of 20 samples of asbestos cement under laboratory conditions. The results are shown in **Table 2 (page 10)**. If the sample is not prepared, it is inevitable that identification errors will occur with coated samples because the coating prevents the reflection on the asbestos fibres. If the coating is removed, asbestos can be proved without any doubt. The identification error was 0 % if the coatings or contaminations were mechanically removed and if the sample was dry. In the case of wet samples, asbestos was not identified in 2 of the 100 individual measurements. The measurement at the breaking edge yields somewhat more unfavourable results.

The influence of the sample preparation is shown exemplarily in the **Figures 7 and 8** with an uncoated and a coated sample of asbestos cement. In case of minor contaminations there is no difference between the reflection spectra. The brightening effect can be seen on both samples. It is achieved by the application of dilute sulphuric acid.

- Keine Präparation, Ausgangszustand
- Mechanische Entfernung von Beschichtungen, Verschmutzungen etc.
- Messung an der Bruchkante
- Oberflächenschicht mechanisch entfernt, anschließend Auftrag von verdünnter Schwefelsäure.

Der Auftrag von Schwefelsäure sollte zur Aufhellung der Oberfläche besonders bei dunklen Proben dienen, um eine ausreichende Intensität des reflektierten Lichts für die Analyse sicherzustellen. Nach Herstellerangaben beträgt die notwendige Lichtintensität mindestens 5 %.

Um den Einfluss der Probenfeuchte zu erkennen, wurden die Proben im Anschluss an die Messungen im trockenen Zustand befeuchtet. Die Messungen an den befeuchteten Proben wurden im Ausgangszustand und nach Entfernung der Beschichtung vorgenommen.

Durchführung der Messungen

Für die Untersuchungen stand das im **Bild 6** gezeigte Handspektrometer PHAZIR Asbestos zur Verfügung. Der automatische Weißabgleich, der bei den Geräten der jüngsten Generation integriert ist, war mit dem verwendeten Analysator nicht möglich und musste per Hand vorgenommen werden.

Das Ergebnis der Messungen konnte direkt auf dem Display des Gerätes abgelesen werden. Parallel wurden die gemessenen Daten gespeichert und über eine USB-Schnittstelle zum Computer übertragen und ausgewertet.

Die Durchführung der eigentlichen Phazir-Messung erfordert einen geringen Zeitaufwand. Nach Vorliegen der Betriebsbereitschaft wurde an einem zufällig ausgewählten Areal bzw. dem präparierten Areal eine 5-malige Messung vorgenommen. Dabei wurde die Position des Spektrometers jeweils um geringe Distanzen von ca. 1 mm verschoben. Die auf dem Geräte-display erscheinenden Angaben zu der Lichtintensität und dem Vorliegen von Asbest wurden notiert bzw. den im Speicher abgelegten Daten entnommen. Die Gesamtmessdauer pro Präparationsart beträgt inklusive Präparation ca. 15 Minuten. Nach dem vorsichtigen Entfernen von Beschichtungen oder Verschmutzungen erfolgten die eigentlichen 5 Einzelmessungen pro Präparationsart, die weniger als 5 Minuten in Anspruch nahmen. Nach etwa 50 Einzelmessungen war ein Weißabgleich des Spektrometers erforderlich.

Messergebnisse

Im ersten Untersuchungsabschnitt wurden Messungen an den insgesamt 20 Asbestzementproben unter Laborbedingungen vorgenommen. Die Ergebnisse sind in der **Tabelle 2 (Seite 10)** zusammengefasst. Wenn keine Präparation vorgenommen wurde, kommt es bei beschichteten Proben zwangsläufig zu Identifizierungsfehlern, weil die Beschichtung die Reflexion an den Asbestfasen verhindert. Wird die Beschichtung entfernt, kann der Nachweis von

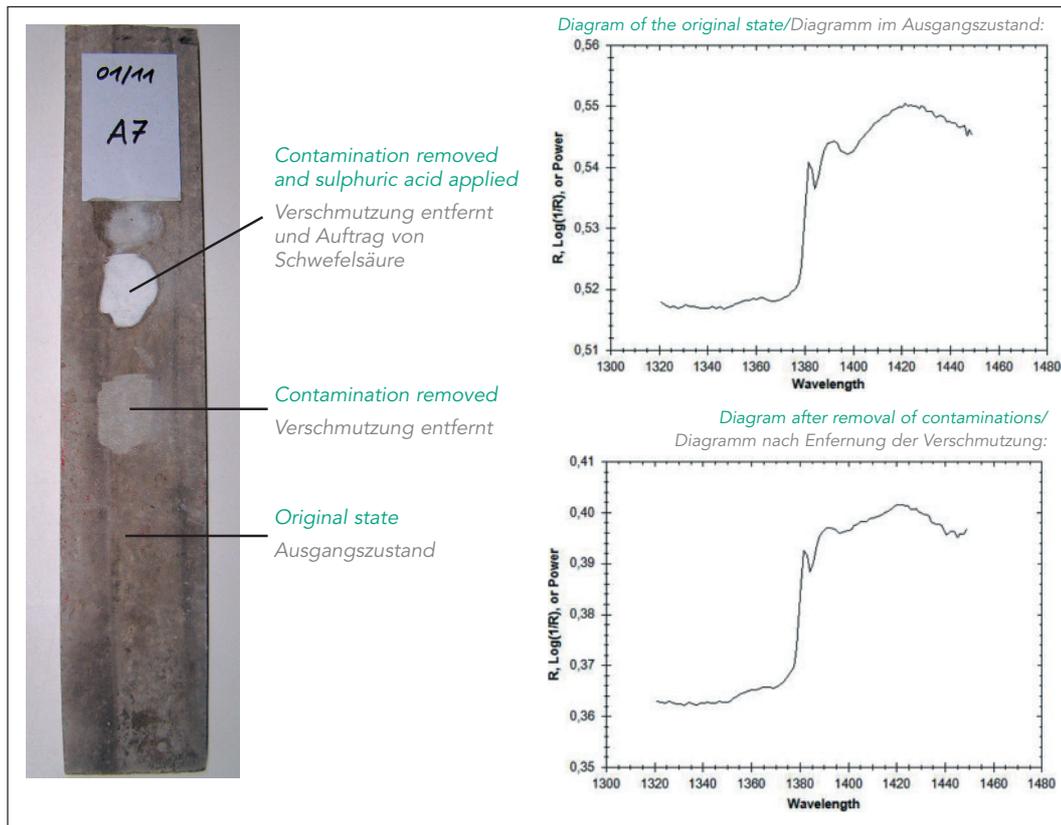
asbestos identification

rubble recovery

table/Tabelle 2 ▶

Results of the measurements on 20 samples of asbestos cement under laboratory conditions
 Ergebnisse der Messungen an 20 Asbestzementproben unter Laborbedingungen

Ser. Number/ Lfd. Nummer		without preparation (dry)/ Ohne Präparation (trocken)	coating removed (dry)/ Beschichtung entfernt (trocken)	measurement at the breaking edge/ Messung an der Bruchkante	coating removed + sulphuric acid/ Beschichtung entfernt + Schwefelsäure	coating removed (wet)/ Beschichtung entfernt (feucht)
1	medium light intensity/(Mittlere Lichtintensität ML [%])	3.0	15.7	11.6	18.5	5.75
	asbestos yes/Asbest Ja	-	5	5	5	3
2	ML [%]	17.7	20.15	19.3	33.85	9.9
	asbestos yes/Asbest Ja	1	5	5	5	5
3	ML [%]	10.75	31.45	20.3	43.7	11.4
	asbestos yes/Asbest Ja	2	5	5	5	5
4	ML [%]	22.75	31.75	18.9	46.45	17.25
	asbestos yes/Asbest Ja	5	5	5	5	5
5	ML [%]	23.25	26.9	19.15	24.5	16.5
	asbestos yes/Asbest Ja	5	5	5	5	5
6	ML [%]	27.6	23.35	21.45	37.6	9.95
	asbestos yes/Asbest Ja	0	5	5	5	5
7	ML [%]	19.45	25.55	18.9	29.45	9.5
	asbestos yes/Asbest Ja	0	5	5	5	5
8	ML [%]	14.1	24.0	21.3	34.45	10.35
	asbestos yes/Asbest Ja	0	5	5	5	5
9	ML [%]	3.0	17.85	12.95	23.8	7.5
	asbestos yes/Asbest Ja	-	5	5	1	5
10	ML [%]	28.65	27.5	20.4	38.15	13.35
	asbestos yes/Asbest Ja	0	5	5	5	5
11	ML [%]	27.65	26.8	31.95	35.4	18.95
	asbestos yes/Asbest Ja	5	5	5	5	5
12	ML [%]	32.05	32.25	29.75	33.9	19.8
	asbestos yes/Asbest Ja	5	5	5	5	5
13	ML [%]	18.35	28.45	23.3	26.55	17.7
	asbestos yes/Asbest Ja	0	5	5	5	5
14	ML [%]	10.6	38.35	29.3	33.05	18.65
	asbestos yes/Asbest Ja	0	5	5	5	5
15	ML [%]	13.5	27.15	29.95	27.15	14.95
	asbestos yes/Asbest Ja	0	5	5	5	5
16	ML [%]	22.15	28.4	19.9	25.95	14.85
	asbestos yes/Asbest Ja	5	5	5	5	5
17	ML [%]	26.7	22.8	24.7	28.65	12.7
	asbestos yes/Asbest Ja	5	5	5	5	5
18	ML [%]	14.2	24.25	19.75	32.65	10.2
	asbestos yes/Asbest Ja	0	5	0	5	5
19	ML [%]	26.5	30	22.2	29.8	11.55
	asbestos yes/Asbest Ja	5	5	5	5	5
20	ML [%]	27.75	24.5	26.65	23.8	11.1
	asbestos yes/Asbest Ja	5	5	5	5	5
asbestos yes/Asbest Ja identification error/ Identifizierungsfehler [%]		43 of 90 57	100 of 100 0	95 of 100 5	96 of 100 4	98 of 100 2



7 Panel of asbestos cement with slight contaminations, but without coating and with prepared areas
Asbestzementplatte mit leichten Verschmutzungen, aber ohne Beschichtung mit präparierten Arealen

During the second phase of investigation, spectrometer measurements were carried out on samples of fibre cement to be able to obtain insights into the frequency of faulty measurements, i.e. the proof of asbestos in asbestos-free samples. With the preparation method “mechanical removal of coating”, of the 150 individual measurements carried out on the 30 samples investigated, two individual measurements showed asbestos incorrectly. Only one faulty measurement occurred with wet samples from which the coating had been removed. However, due to the partially too low light intensity only 110 of the totally 150 individual measurements could be evaluated. The mathematical identification error was 1.3 % and 0.9 %, respectively, provided the faulty asbestos proof was not caused by unintentional contaminations.

During the third phase of investigation, measurements were carried out on various buildings, where obviously asbestos cement products had been used, to find out if the manual spectrometer is also suitable for local measurements (Figures 9-10). The result was that the measuring instrument is also easily manageable under conditions existing in practice. The results summarized in Table 3 show that 9 of the 10 local measurement series lead to the result “asbestos yes” when using the suitable preparation method “remove coating” or when measuring at the breaking edge. Thus, the Phazir results coincide with the results of SEM examinations carried out in this measurement series for all samples. There is no agreement in one measurement series (D 4). This

Asbest sicher geführt werden. Der Identifikationsfehler beträgt 0 %, wenn die Beschichtungen oder Verschmutzungen mechanisch entfernt wurden und die Probe im trockenen Zustand vorlag. Bei feuchten Proben wurde bei 2 der 100 Einzelmessungen kein Asbest identifiziert. Die Messung an der Bruchkante zeigt etwas ungünstigere Ergebnisse

Der Einfluss der Probenpräparation ist exemplarisch an einer unbeschichteten und einer beschichteten Asbestzementprobe im Bild 7 und im Bild 8 dargestellt. Bei geringen Verschmutzungen ist kein Unterschied zwischen den Reflexionsspektren, die sich bei der Messung an der gesäuberten Oberfläche bzw. der Oberfläche im Originalzustand ergeben, festzustellen. Der Chrysotil-Doppelpeak ist eindeutig erkennbar. Bei beschichteten Proben besteht dagegen keine Übereinstimmung zwischen den gemessenen Spektren. Bei beiden Proben ist der Aufhellereffekt, der durch den Auftrag von verdünnter Schwefelsäure erreicht wird, erkennbar.

Im zweiten Untersuchungsabschnitt wurden Spektrometermessungen an Faserzementproben vorgenommen, um Aussagen zur Häufigkeit von Fehlmessungen – also dem Nachweis von Asbest an asbestfreien Proben – treffen zu können. Wird die Präparationsmethode „Beschichtung mechanisch entfernen“ betrachtet, wurden von den 150 Einzelmessungen, die an den 30 untersuchten Proben durchgeführt wurden, in zwei Einzelmessungen fälschlicherweise Asbest erkannt. Bei den feuchten Proben, bei welchen die Beschichtung entfernt worden war, trat nur

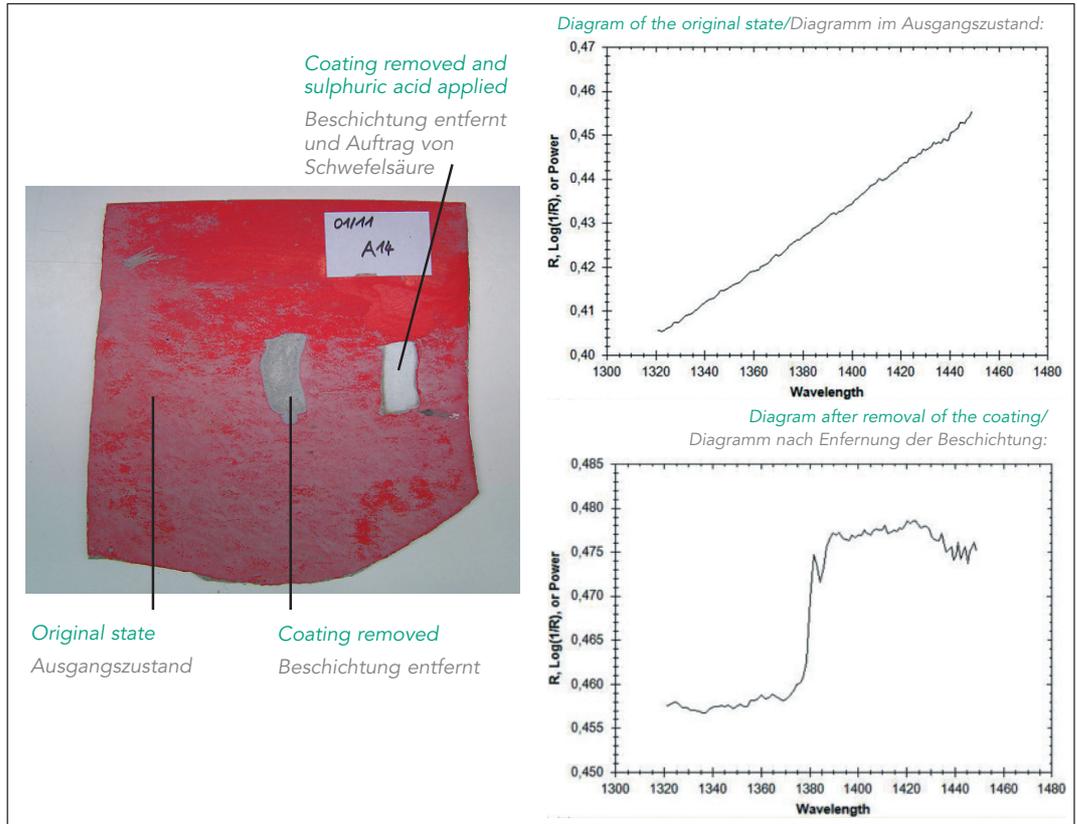
asbestos identification

rubble recovery

8

Coated panel of asbestos cement with prepared areas

Beschichtete Asbestzementplatte mit präparierten Arealen



series shows contradictory results: As expected, asbestos was detected at the breaking edge. However, no asbestos was detected on the dry sample without removal of the surface coating and on the samples with removal of the surface coating, respectively. As a reason for this an error of white balance is assumed, which was carried out manually with the available spectrometer. An automatic white balance is integrated in the devices of the latest generation. 10 samples of different kinds, which were taken from a recycling plant or other sources, were examined as a further practice test. The samples included jointing compounds, lutes and fabrics but also products of fibre cement. The measurements confirmed the findings of Michel [8] that the identification is made more difficult by dark surfaces and by the

eine Fehlmessung auf. Wegen der teilweise zu geringen Lichtintensität waren in diesen Fall aber nur 110 der insgesamt 150 Einzelmessungen auswertbar. Der rechnerische Identifizierungsfehler ergibt sich zu 1,3 % bzw. 0,9 %, vorausgesetzt der fehlerhafte Asbestnachweis wurde nicht durch unbeabsichtigte Verunreinigungen verursacht.

Um zu prüfen, ob sich das Handspektrometer auch für Vor-Ort-Messungen eignet, wurden im dritten Untersuchungsabschnitt Messungen an verschiedenen Bauwerken (Bilder 9 bis 10), an welchen augenscheinlich Asbestzementprodukte verbaut worden waren, vorgenommen. Dabei ergab sich, dass das Messgerät unter Praxisbedingungen gut handhabbar ist. Aus der Ergebniszusammenstellung in Tabelle 3 geht hervor, dass 9 der 10 vorgenommenen Vor-Ort-

9 (left)

Measurement on a roof of corrugated asbestos sheets after removal of contaminations

Messung auf einer Dachfläche aus Wellasbestplatten nach Entfernung der Verschmutzungen

10 (right)

Measurement on the surface of vertical, subsequently painted sheeting including display of the result

Messung auf der Oberfläche einer senkrechten, nachträglich gestrichenen Verkleidung mit Anzeige des Ergebnisses



◀ table/Tabelle 3

Results of the measurement on 10 samples of asbestos cement in built-in condition

Ergebnisse der Messungen an 10 Asbestzementproben im eingebauten Zustand

Ser. Number/ Lfd. Nummer		without preparation (dry)/Ohne Präparation (trocken)	coating removed (dry)/Beschichtung entfernt (trocken)	measurement at the breaking edge/ Messung an der Bruchkante	coating removed + sulphuric acid/ Beschichtung entfernt + Schwefelsäure	coating removed (wet)/ Beschichtung entfernt (feucht)	SEM reference measurement/ REM-Vergleichsmessung
D 1	medium light intensity/(Mittlere Lichtintensität ML [%] asbestos yes/Asbest Ja)	34.35 5	32.20 5	25.70 5	31.55 5	13.45 5	1-15 % Chrysotil
D 2	ML [%] asbestos yes/Asbest Ja	37.20 5	27.40 5	25.00 5	34.65 5	31.60 5	1-15 % Chrysotil
D 3	ML [%] asbestos yes/Asbest Ja	27.75 5	26.45 5	28.70 5	23.70 5	12.15 5	1-15 % Chrysotil
D 4	ML [%] asbestos yes/Asbest Ja	13.80 0	17.65 0	20.25 5	5.15 0	7.35 0	1-15 % Chrysotil
D 5	ML [%] asbestos yes/Asbest Ja	8.25 5	29.15 5	19.10 5	28.20 5	9.50 5	1-15 % Chrysotil
D 6	ML [%] asbestos yes/Asbest Ja	15.45 5	18.40 5	19.75 5	19.40 5	7.10 5	1-15 % Chrysotil
D 7	ML [%] asbestos yes/Asbest Ja	16.85 5	16.80 5	21.50 5	10.60 5	8.75 5	1-15 % Chrysotil
D 8	ML [%] asbestos yes/Asbest Ja	10.25 5	23.20 5	19.75 5	17.60 5	10.65 5	1-15 % Chrysotil
D 9	ML [%] asbestos yes/Asbest Ja	17.80 5	13.55 5	21.70 2	8.50 5	4.85 5	1-15 % Chrysotil
D 10	ML [%] asbestos yes/Asbest Ja	9.55 5	20.50 5	18.40 5	16.25 5	10.35 5	1-15 % Chrysotil
	asbestos yes/Asbest Ja identification error/Identifizierungsfehler [%]	45 of 50 10	45 of 50 10	47 of 50 6	45 of 50 10	45 of 50 10	

inhomogeneous distribution of the fibres in the product. The preparation methods for such products must be further improved. As regards products of asbestos and fibre cement, clear results were obtained, as was already the case during the laboratory investigations and examinations of roof and faHade areas, after the removal of contaminations and coatings. These results coincide very well with the results of the SEM investigations. Neither faulty identification of asbestos cement products nor proof of asbestos in asbestos-free products occurred.

Conclusion and evaluation

The NIR identification of asbestos with the manual spectrometer PHAZIR Asbestos is based on a surface measurement, i.e. the fibres to be analysed must be accessible or they have to be made accessible by means of suitable preparation methods. This can be achieved by different approaches, which were investigated systematically. The sample moisture was investigated as another contributory effect on the reliability of the asbestos proof. The results can be summarized as follows:

Messserien bei Anwendung der geeigneten Präparationsmethode „Beschichtung entfernen“ bzw. bei Messung an der Bruchkante zu dem Ergebnis Asbest „Ja“ führten. Somit stimmen die Phazir-Befunde mit den Ergebnissen der REM-Untersuchungen überein, die in dieser Messserie für alle Proben durchgeführt wurden. Bei einer Messserie (D 4) ist keine Übereinstimmung gegeben. Diese Serie lieferte widersprüchliche Aussagen: An der Bruchkante wurde erwartungsgemäß Asbest nachgewiesen. An der trockenen Probe ohne Entfernung der Oberflächenbeschichtung bzw. an den Proben mit Entfernung der Oberflächenbeschichtung wurde dagegen kein Asbest nachgewiesen. Als Ursache wird ein Fehler beim Weißabgleich vermutet, der bei dem zur Verfügung stehenden Spektrometer per Hand vorgenommen wurde. Bei den Geräten der jüngsten Generation ist ein automatischer Weißabgleich integriert. Als weiterer Praxistest wurden insgesamt 10 Proben unterschiedlicher Art, die auf einer Recyclinganlage entnommen wurden bzw. aus anderen Quellen stammten, untersucht. Darunter waren Vergussmassen, Kitten und Gewebe, aber auch Faserzementprodukte.

- With suitable preparation, asbestos fibres can be proved with great reliability. Of the in total 20 samples of asbestos cement, which were prepared by means of the suitable method “remove coating” and which were measured five times each in the dry and wet state, 198 of the individual measurements resulted in “asbestos yes”. Asbestos could not be proved in two individual measurements only, i.e. the identification error is 1 %.
- If the repeated measurements and the measurement of roof and faHade areas are included as regards the reliability, 336 correct measurements are faced with 4 faulty ones, which corresponds to an identification error of 1.2 %.
- The preparation method “remove coating” is the most reliable approach. The identification error was the lowest with samples prepared according to this method whether they were measured in the dry or the wet state. Measurements at the breaking edge and after the removal of a coating and the following treatment with sulphuric acid, respectively, resulted in higher identification errors.
- The sample moisture affects the light intensity, which was lower with the wet samples. In some cases no measurement was possible for that reason. Therefore, samples with an equilibrium moisture content should be preferred.
- No measurements were possible below a light intensity of approx. 3.5 %. The manufacturer states that a minimum light intensity of 5 % is required for a measurement. If measurements are carried out on dark samples and measured results are obtained with low light intensities, they recommend increasing the number of individual measurements and preparing and measuring more areas of the sample. An application of dilute sulphuric acid brightens the surface and, consequently, improves the measurement conditions.
- The asbestos identification can be carried out on samples packed in PE bags. However, this may increase the identification error.

The manual spectrometer is suitable for local measurements. Investigations on roof and faHade areas could be carried out without any problem.

The manual spectrometer PHAZIR Asbestos has been designed and developed for the proof of asbestos, i.e. it is absolutely necessary to obtain a positive result with a product of asbestos cement. This could clearly be proved. The measured result of a fibre cement product must be negative because it is an asbestos-free product. Faulty measurements may occur if there are residual coatings or a contamination containing silicate or carbonate minerals with similar spectra-like asbestos. Of a total of 305 analysable measurements on fibre cements only three resulted in “asbestos yes”. This corresponds to a portion of faulty measurements of 1 %. Consequently, the result is also very satisfactory in this respect.

Die Messungen bestätigten die Aussagen von Michel [8], dass durch dunkle Oberflächen bzw. durch inhomogene Verteilung der Fasern im Produkt die Identifizierung erschwert wird. Die Präparationsmethoden für solche Produkte sind weiter zu qualifizieren. Bei Asbest- und Faserzementprodukten wurden wie schon bei den Laboruntersuchungen und den Untersuchungen an den Dach- und Fassadenflächen nach der Entfernung von Verschmutzungen und Beschichtung eindeutige Ergebnisse erzielt, die sehr gut mit den Ergebnissen der REM-Untersuchungen übereinstimmen. Es trat keine Fehlidentifizierung von Asbestzementprodukten ebenso wie kein Nachweis von Asbest in den asbestfreien Faserzementprodukten auf.

Schlussfolgerungen und Bewertung

Die NIR-Identifizierung von Asbest mit dem Handspektrometer PHAZIR Asbestos basiert auf einer Oberflächenmessung. Die zu analysierenden Fasern müssen also zugänglich sein bzw. durch geeignete Präparationsmethoden zugänglich gemacht werden. Das kann durch unterschiedliche Vorgehensweisen erreicht werden, die systematisch untersucht wurden. Als weitere Einflussgrößen auf die Zuverlässigkeit des Asbestnachweises wurde die Probenfeuchte untersucht. Die Ergebnisse können wie folgt zusammengefasst werden:

- Bei geeigneter Präparation kann der Nachweis von Asbestfasern in Asbestzementprodukten mit großer Sicherheit geführt werden. Von den insgesamt 20 Asbestzementproben, die mit der geeigneten Präparationsmethode „Beschichtung entfernen“ vorbereitet und jeweils fünfmal in trockenem und nassen Zustand gemessen wurden, ergaben 198 der Einzelmessungen den Befund „Asbest ja“. Nur bei 2 Einzelmessungen konnte kein Asbest nachgewiesen werden. Der Identifizierungsfehler beträgt also 1 %.
- Werden in die Betrachtungen zur Zuverlässigkeit auch die Wiederholungsmessungen und die Messungen an Dach- und Fassadenflächen einbezogen, stehen 336 richtigen Messungen 4 falsche Messungen gegenüber, was einem Identifizierungsfehler von 1,2 % entspricht.
- Die Präparationsmethode „Beschichtung entfernen“ stellt die zuverlässigste Vorgehensweise dar. Bei den so vorbereiteten Proben war unabhängig davon ob, die Proben im trockenem oder feuchten Zustand vermessen wurden, der Identifizierungsfehler am geringsten. Die Messungen an der Bruchkante bzw. nach einer Entfernung der Beschichtung und anschließender Schwefelsäurebehandlung ergaben höhere Identifizierungsfehler.
- Die Probenfeuchte hat Auswirkungen auf die Lichtintensität, die bei den feuchten Proben geringer war. In einigen Fällen führte das dazu, dass keine Messung möglich war. Aus diesem Grunde sind für die Messungen ausgleichsfeuchte Proben zu bevorzugen.

References/Literatur

- [1] Michatz, J.: Gefahr erkannt – Gefahr gebannt. Das Dachdeckerhandwerk, DDH 20. 2009, S 14-16.
 - [2] Mit klarem Blick. Recycling Technology Vol. 2 (2010), H. 9.
 - [3] Produktvorstellung: microPHAZIR Asbestos. Neues NIR-Handspektrometer zur mobilen Asbesterkennung vor Ort. Zeitschrift Kommunalwirtschaft (2010), H.8, S. 596-597.
 - [4] Held, R.: Recherche zur Erkennung von Asbest- und Faserzement. Bachelorarbeit, Bauhaus-Universität Weimar. 2010.
 - [5] VDI-Richtlinie 3866, Blatt 1 bis 5. Bestimmung von Asbest in technischen Produkten. 2000, 2001, 2002, 2004.
 - [6] Analyse von Mineralien. Messtechnik zur Unterscheidung von Kalkstein und Dolomit. Applikationen, Mineralien, <http://www.lla.de/>.
 - [7] Feierabend, A.: Einsatz der NIR-Messtechnik für die Identifikation und Sortierung von Mürbsteinen. Vortrag am 10.3.2010 in Aachen, Tagung Sensorgestützte Sortierung 2010, Heft 122 der Schriftenreihe des GDMB.
 - [8] Michel, C.: Bewertung der Praxistauglichkeit des tragbaren Nahinfrarot - Spektrometers PHAZIRTM zur zerstörungsfreien Vor-Ort-Analyse von asbesthaltigen Bauprodukten. Diplomarbeit, Universität Trier, 2010.
- Unterhalb einer Lichtintensität von ca. 3,5 % waren keine Messungen mehr möglich. Vom Hersteller wird eine Lichtintensität von mindestens 5 % als Voraussetzung für eine Messung angegeben. Bei Messungen an dunklen Proben, bei welchen die Messergebnisse bei geringen Lichtintensitäten zustande gekommen sind, ist zu empfehlen, dass die Anzahl der Einzelmessungen erhöht und weitere Areale der Probe präpariert und vermessen werden. Ein Auftrag von verdünnter Schwefelsäure führt zu einer Aufhellung der Oberfläche und verbessert somit die Messbedingungen.
 - Die Asbestidentifizierung kann an Proben erfolgen, die in PE-Tüten verpackt sind, allerdings kann es dadurch zu einer Erhöhung des Identifizierungsfehlers kommen.
- Das Handspektrometer ist für Vor-Ort-Messungen geeignet. Versuche an Dach- und Fassadenflächen konnten problemlos durchgeführt werden.
- Das Handspektrometer PHAZIR Asbestos ist für den Nachweis von Asbest konzipiert und entwickelt. An einem Asbestzementprodukt muss also unbedingt ein positiver Befund erzielt werden, was eindeutig nachgewiesen werden konnte. An einem Faserzementprodukt muss der gemessene Befund negativ sein, weil es sich um ein asbestfreies Produkt handelt. Fehlmessungen können auftreten, wenn Beschichtungsreste oder Verunreinigung, die silikatische oder carbonatische Mineralien mit ähnlichen Spektren wie Asbeste enthalten, vorhanden sind. Von den insgesamt 305 auswertbaren Messungen an Faserzementen, ergaben nur 3 das Resultat „Asbest ja“. Das entspricht einem Anteil an Fehlmessungen von 1 %. Auch in dieser Richtung ist das Resultat also sehr zufriedenstellend.