Organisation, Durchführung und Auswertung des Göttinger Ringversuchs zur Asbestfaseranalytik

von

Joachim Hartung und Doğan Argaç

Lehrstuhl Statistik mit Anwendungen
im Bereich der Ingenieurwissenschaften
DFG–Sonderforschungsbereich 475
Fachbereich Statistik
Universität Dortmund
Vogelpothsweg 87
D–44221 Dortmund

Aufbau
des
Göttinger Ringversuchs

Veranstalter:

Interessengemeinschaft für Faserstaubmessungen

Fachgruppe und Organisatoren:

Prof. Dr. J. Hartung, Universität Dortmund

Dr. K. Schwellnus, Wartig Chemieberatung, Hamburg

Dr. M. Weber, Universität Göttingen

Beirat:

Prof. Dr. R. Blaschke, Universität Münster

Prof. Dr. J. Hartung, Universität Dortmund

Oberbaurat Dipl.–Ing. P. Köpcke, Bauordnungsamt Hamburg

Durchführung, Verteiler und Datenanalyse:

Prof. Dr. J. Hartung, Universität Dortmund

Dipl.–Stat. D. Argaç, Universität Dortmund

unter Mitarbeit von:

Dipl.–Stat. M. Thöne, cand. stat. U. Baur, S. Boes, S. Menzler

technische Unterstützung:

Dr. I. Dienwiebel, Labor für Werkstoffuntersuchung, Witten

Inhaltsverzeichnis

Vorwort

Im Meß–und Prüfwesen bilden Ringversuche ein Fundament der Qualitätssicherung. Im Mittelpunkt dieses interlaboratoriellen Ringversuchs steht die Meßqualität der teilnehmenden Labore. Zudem bietet der Ringversuch die Möglichkeit eines Erfahrungsaustausches, der in einer Verbesserung der Qualität der Meßinstitute resultieren soll. Der vorliegende Ringversuch unterscheidet sich im Design von bereits durchgeführten Ringversuchen zur Asbestfaseranalytik. Insbesondere wird auf den Einsatz von Referenzlaboren verzichtet.

1 Einleitung und Problemstellung

Asbest ist eine natürlich vorkommende aus Hornblende und Serpentin bestehende Mineralfaser. Die Hauptbestandteile von Asbest sind Amphibol (Hornblende) und Chrysotil. Chrysotil, das zur Serpentingruppe gehört, macht etwa 95 % der Weltvorräte an Asbest aus. Chrysotilasbest wird vorwiegend in Kanada abgebaut (etwa 3/4 des Weltvorkommens). Bedeutende Asbestlagerstätten finden sich auch in Rußland und Südafrika. Asbest ist biegsam und widerstandsfähig gegen Hitze, schwache Säuren und Laugen; es ist daher sehr verbreitet (ca. 3000 Verwendungszwecke), zum Beispiel:

- feuerfeste Schutzkleidung
- Isoliermaterial
- Asbestzement
- Wärmeschutz
- Schallschutz

- Feuerschutz
- Fassadenschutz
- Dichtungsmasse
- Fußbodenbeläge
- Asphalt
- Bremsbeläge
- Kupplungsbeläge
- Autoreifen
- Raketen– und Flugzeugteile
- Produkte mit Reibungsbeanspruchung
- Lacke
- Textilien
- Haartrockner

Durch Verarbeitungs- und Verschleißvorgänge entsteht ein hochfeiner Asbeststaub, der über die Atemluft in die Lunge eindringen kann. Der Faserstaub kann allerdings auch durch Erschütterung, mechanische Einwirkung oder Luftbewegungen in erheblichem Maße in atembarer Form freigesetzt werden. Es kann dann, bei längerfristigem Einatmen, zu Staublungenerkrankungen, ja sogar zu Lungenkrebs (Asbestose) führen. Die Verwendung von Spritzasbest ist in Deutschland verboten, weitere Verwendungsbeschränkungen werden diskutiert, mit dem Ziel Asbest durch silikatfreie Arbeitsstoffe zu ersetzen. Die Entwicklung von Alternativstoffen für Asbest hat gezeigt, daß ein echter Ersatz bisher nur durch Stoffkombinationen möglich ist.

Die gesundheitsschädigende Wirkung von Asbest verlangt eine Kontrolle und Überprüfung der in der Atemluft enthaltenen Asbestkonzentration. Die Beurteilung der Asbestkonzentration in der Innenraumluft erfordert ein Meßverfahren, das den besonderen Umständen und Charakteristika von Innenräumen Rechnung trägt. Hierzu wurde von der Kommission Reinhaltung der Luft im VDI und DIN, Ausschuß Immissionsmeßverfahren, Arbeitsgruppe Messen faserförmiger Partikel, eine Richtlinie (VDI 3492, Blatt 2) erarbeitet, nach denen solche Untersuchungen durchzuführen und auszuwerten sind. Die Richtlinie VDI 3492, Blatt 1, beschreibt ein Meßverfahren zur Bestimmung der Faserzahlkonzentration in der Außenluft. In beiden Richtlinien wird auch eine Auswertungsstrategie für das erhobene Datenmaterial vorgegeben. Wesentliche Anwendungsgebiete der Richtlinie VDI 3492, Blatt 2, sind Messungen im Zusammenhang mit der Durchführung von Abbruch–, Sanierungs– und Instandhaltungsarbeiten von asbesthaltigen Materialien, nicht aber Messungen in Arbeitsräumen während der Arbeit an faserhaltigen Stoffen. Die Richtlinie wird in der Regel dort eingesetzt, wo der Nachweis der Faserzahlkonzentration und die Identifikation der Faserart erforderlich ist. Die durchzuführenden Messungen und physikalisch–technischen Analysen sind äußerst komplex und umfangreich. In Anbetracht des aufwendigen Meßverfahrens werden daher nur hochspezialisierte Labors mit der Messung der Asbestkonzentration beauftragt. Die Richtlinie VDI 3492 leistet daher auch einen Beitrag zur Qualitätssicherung der Meßergebnisse, falls mehrere Labors mit der Messung beschäftigt sind. Was den Aspekt der Qualitätssicherung angeht, ist zu erwähnen, daß nicht nur der VDI und DIN als Organisationen auf Grund ihrer technischen Kompetenz sich mit der Ausarbeitung der Richtlinie beschäftigen, sondern daß auch das Deutsche Akkreditierungssystem Prüfwesen (DAP) und die Bundesanstalt für Materialforschung– und prüfung (BAM) in diesen Prozeß involviert sind. Eine solche Zusammenarbeit ist sinnvoll, denn für alle vier Institutionen ist die Qualitätssicherung im Meß– und Prüfwesen von zentraler Bedeutung: für VDI und DIN als Urheber der Richtlinie, für die BAM in ihrer Funktion als "institutionalisierte Qualitätssicherung" und für das DAP als Akkreditierer. Zudem ist für eine praktische Umsetzung der Richtlinie zu berücksichtigen, daß sich die Kosten für eine Messung in einem akzeptablen Rahmen bewegen. Darüberhinaus muß die Richtlinie natürlich so konstruiert sein, daß auch eine Vergleichbarkeit der Meßergebnisse garantiert ist.

Bei Innenraummessungen kommen folgende Meßaufgaben in Betracht:

- Messung zum Nachweis, ob Fasern freigesetzt werden
- Messung zum Nachweis, daß keine unzulässigen Faserzahlkonzentrationen vorliegen, nachdem vorläufige Maßnahmen zur Minderung der Faserbelastung erfolgt sind bzw. nachdem die eigentlichen Sanierungsmaßnahmen durchgeführt wurden
- Messung zum Nachweis, daß Dritte keinen unzulässigen Faserzahlkonzentrationen bei Sanierungsmaßnahmen ausgesetzt sind

Bei der Probennahme durch ein Labor werden die faserförmigen Partikel aus der Raumluft auf einem mit Gold bedampften Kernporenfilter abgeschieden. Vor der Auswertung wird die Probe direkt auf der Oberfläche des goldbeschichteten Filters mit Hilfe eines speziellen Plasmaveraschungsverfahrens weitgehend von organischem Material befreit. Das beladene Filter wird im Rasterelektronenmikroskop (REM) ausgewertet. Auf einer zufällig ausgewählten Teilfläche (maximal 1 mm^2) des Filters werden die Einzelfasern gezählt und nach vorgegebenen Faserarten klassifiziert. Zur Klassifizierung wird die energiedispersive Röntgenmikroanalyse (EDXA) eingesetzt. Als Faser wird jedes Objekt bestimmt, das eine Länge von $5\mu m \leq L \leq 100\mu m$, einen Durchmesser von $D < 3\mu m$ sowie ein Länge/Durchmesser–Verhältnis $L : D \geq 3 : 1$ aufweist. Bei der Auswertung mit dem REM ist die Erfassung dünner Fasern, $D < 0.2\mu m$, und die Bewertung von Aggregaten und isometrischen Partikeln kritisch. Schwierig gestaltet sich auch die Faseridentifizierung durch die Elementanalyse.

2 Der Ringversuch: Organisation und Durchführung

Im Rahmen von Asbestsanierungsarbeiten sind eine Vielzahl von Messungen vorgeschrieben, und der Markt für Fasermessungen blühte: Viele Laboratorien wurden gegründet bzw. bestehende Labore erweiterten ihr vorhandenes Repertoire um Asbestmessungen, es gab aber kaum Maßnahmen zur externen Qualitätssicherung wie zum Beispiel fachspezifische Lehrveranstaltungen, Ringversuche oder ähnliches. Ringversuche gehören zu den wichtigsten Elementen der Qualitätssicherung.

Vor dem Hintergrund der oben geschilderten gesundheitsschädigenden Wirkung von Asbest ist die Notwendigkeit zur Überprüfung der Qualität der Labore offensichtlich. Der hier durchgeführte Ringversuch entstand aus Eigeninitiative einer Interessengemeinschaft der teilnehmenden Meßinstitute. Im Mittelpunkt des Ringversuchs zur Vergleichspräzision steht ein Erfahrungsaustausch der teilnehmenden Meßinstitute hinsichtlich der Faseranalytik, der eine verbesserte Einschätzung der eigenen Auswertungsstrategie der Labore ermöglichen soll, und aus dem eine Zunahme der allgemeinen Meßqualität resultieren soll. Grundlage für den Ringversuch zur Faseranalytik ist die VDI-Richtlinie zur Messung von Innenraumluftverunreinigungen, VDI 3492, Blatt 2 vom Juni 1994.

Die Organisation und Planung des Ringversuchs wurde mit allen Interessenten der teilnehmenden Labore vorbereitet. Zur Umsetzung der erarbeiteten Grundlagen wurde eine Fachgruppe gebildet. Diese war für die organisatorische Abwicklung des Projekts zuständig. Als weiteres Gremium wurde ein Sachverständigenrat gebildet. Dieser Beirat hat zur Aufgabe, den Ringversuch mit jeweiliger Expertise zu begleiten.

Desweiteren wurde der Ringversuch bei der Bundesanstalt für Materialforschung– und prüfung (BAM) als offizielle Veranstaltung angemeldet und wurde dort in seiner von den Veranstaltern ausgearbeiteten und vorbereiteten Form registriert. Die Planungsphase des Ringversuchs dauerte von März '97 bis November '97, für den Probenrundlauf wurden sechs Wochen (Dezember '97–Januar '98) angesetzt. Diese Einschätzung war mehr als naiv: Tatsächlich dauerte der Probenrundlauf knapp ein Jahr (Oktober '98). Gründe hierfür waren hauptsächlich die extrem schwierigen und anspruchsvollen Filter, deren Auswertung dann natürlich auch sehr viel mehr Zeit in Anspruch nahm, und eine Vielzahl, wie wohl immer in der Praxis, weder vorherzusehender noch zu erwartender Schwierigkeiten, die an anderer Stelle noch erläutert werden.

Ringversuche auf der Grundlage von Normen dienen in erster Linie zur Gewinnung von Verfahrenskenngrößen. Eine Grundvoraussetzung dabei ist die Bereitstellung identischer Versuchsproben für alle Teilnehmer. Zur Zeit existiert leider keine Technik , die es ermöglicht, Filter definiert und reproduzierbar mit Fasern eines vorgegebenen Faserspektrums zu beaufschlagen. Die für diesen Versuch benötigten Filtersätze wurden im Labor künstlich mit Fasern belegt. Ein Filterprobenstück kann auch nur in einer begrenzten

Anzahl von Auswertungen analysiert werden, denn es hatte sich in Versuchen, die der VDI durchgeführt hatte, herausgestellt, daß eine Filterprobe durchschnittlich nur fünf–bis sechsmal untersucht werden kann, bevor mechanische Beschädigungen der Probe oder durch den Umgang mit der Probe verursachte Veränderungen der Faserbelegung eine weitere Auswertung nicht mehr zulassen.

Bei den Ringversuchsproben handelt es sich um sechs unterschiedlich belegte Filter, die jeweils in vier Probenstücke unterteilt wurden, wobei die vier Teilstücke eines Filters als homogen zu betrachten sind. Diese Probenstücke erhalten eine eindeutige Kennzeichnung. Die Proben sind auf Stiftprobenteller für die rasterelektronenmikroskopische Untersuchung präpariert und verascht. Die präparierten Filterprobenstücke sind in Kunststoff–Probenhaltern gesteckt, und diese in Acryl–Probendöschen verpackt, diese tragen an Probenhalterseite die Aufschrift RV-A oder RV-B. Von den vier Probenstücken eines Filters sind zwei mit RV-A und zwei mit RV-B auf dem Probenhalter von unten gekennzeichnet. Die Probendöschen werden in Aluminiumrohre mit zwei Kunststoffkappen verpackt. Die Kennzeichnung und Kodierung der Proben dienen einmal der Anonymisierung, aber auch der Vermeidung von Verwechslungen der Proben beim Verschicken und Untersuchen.

Um eine Möglichkeit zu haben, die Proben nach Beendigung des Ringversuchs auf eventuelle Verwechslungen hin zu überprüfen, wurde bei jeder Probe unter einem Klebestreifen die Probennummer auf den Probenteller eingeritzt. Eine Überprüfung dieser Nummer würde die Probe zerstören, so daß dies nur am Ende des Ringversuchs durchgeführt werden konnte. Um den Umgang und die Handhabung mit den Proben, den Verpackungen und der Etikettierung einzuüben, wurden zusätzliche Proben und Verpackungen zur Verfügung gestellt, desweiteren Ersatzmaterial.

Die Labore erhielten die zu untersuchenden Proben nach einem vor dem Versuch ausgearbeitetem Prüfplan. Die Verschickung der Proben erfolgte per Post in druckfesten Aluminiumrohren, in denen die einzeln verpackten Stiftproben durch Wattepolsterung rutschfest gelagert waren. Den teilnehmenden 16 Laboren wurde nach dem Zufallsprinzip jeweils eine Zahl zwischen 1 und 16 zugeordnet. Anschließend wurden zwei Gruppen gebildet. Die erste Gruppe bestand aus den Meßinstituten mit den Ziffern 1–8, die zweite aus den Ziffern 9–16. Ein Probendurchlauf bestand aus zwei Sendungen, in der nacheinander beide Gruppen von Laboren bedient wurden. Pro Sendung wurden folglich 16 Filterproben (je zwei an acht Labore) verschickt. Die restlichen Proben wurden am Lehrstuhl aufbewahrt. Von jedem Filter wurde zur Sicherheit ein Filterstück als unbenutzte Reserve einbehalten. Das Probenpaar für ein Labor wurde so zusammengestellt, daß die Probenstücke aus zwei verschiedenen Filtern, zufällig gewählt, stammen und daß es sich um eine RV–A und RV–B Probe handelte. Dieses Probenpaar erhielt eine Kodierungsnummer. Dementsprechend wurde eine Etikettierung der Versandproben mit dieser Kodierungsnummer und dem Zusatz A (für RV–A) oder B (RV–B) vorgenommen. Vor einer Neukodierung wurde das Probenstück anhand des Prüfplans eindeutig identifiziert, es wurde die nach Prüfplan zu vergebende Neukodierung angebracht und die alte Kodierung entfernt. Mit Hilfe des Prüfplans und der eindeutigen Etikettierung der Probenstücke konnte somit eine Verwechslung der Proben praktisch ausgeschlossen werden. Im dritten und letzten Durchlauf ergab sich die Zusammenstellung der Probenstücke zu einem Paar aus den von dem jeweiligen Labor noch nicht untersuchten Filtern. Auch hier wurde immer eine RV–A und RV–B Probe kombiniert.

Zusätzlich zu den beiden Probenstücken erhielten die Teilnehmer ein förmliches Anschreiben, Hinweise zum Umgang mit den Filterproben, eine

Skizze der Verpackung der Proben, evtl. ein Anschreiben über Nachforderungen (fehlende Urprotokolle etc.) und das Auswertungsformular–Formblatt. In letzteres wurde die Kodierungsnummer des Probenpaares für ein Labor handschriftlich in das zugehörige Feld eingetragen.

Nach dem Zurücksenden der Proben durch das Labor wurde überprüft, ob die Filterproben RV–A und RV–B evtl. vertauscht wurden. Abschließend wurden die gesammelten Proben einzeln mittels eines Stereomikroskops auf Beschädigung untersucht, und per Videoprint wurde der Zustand des Filterstücks dokumentiert. Das Verschicken und die Überprüfung der eingesendeten Proben wurden von mehreren Mitarbeitern kontrolliert. Während des Ringversuchs stellte sich heraus, daß ein Probenstück nach Angaben der Labore schwer zu untersuchen war. Diese Probe wurde daher nicht mehr verschickt. Ein anderes Filterstück wurde nach mehrfachem Einsatz von einem Labor als nicht mehr auswertbar zurückgeschickt, so daß eine Ersatzprobe zugestellt wurde.

Die von den teilnehmenden Meßinstituten eingesendeten Unterlagen wurden auf Vollständigkeit, Stimmigkeit und Verwendbarkeit überprüft. In wenigen Fällen fehlten vereinzelt Dokumente, sowohl Urprotokolle wie auch Fotos und Spektren. Von jedem Meßinstitut lagen mindestens vier Urprotokolle vor, anhand derer die Faseranalyse und Auswertungsstrategie des Labors nachvollzogen worden konnte. In einem Fall wurden Abweichungen festgestellt, das entsprechende Labor wurde aufgefordert, sich das Urprotokoll noch einmal anzuschauen. Der Fehler konnte behoben werden. Weiterhin wurde bei der Durchsicht der Urprotokolle festgestellt, daß Fasern mit einem Durchmesser $< 0.2 \mu m$ uneinheitlich gezählt wurden. Daher wurde von der Fachgruppe beschlossen, eine zusätzliche Auswertung der Meßdaten unter Abzug aller Fasern mit Durchmesser $< 0.2 \mu m$ vorzunehmen. Die Ergebnisse beider Auswertungen sollen, in Relation gesetzt, einen Einblick über das Zählvermögen bei diesen feinen Fasern geben.

Der Probenrundlauf verzögerte sich durch einige Schwierigkeiten. Eine Probe ging bei der Versendung bei der Post verloren: Das Labor hatte nämlich nicht die für Verschickung vorgesehenen Versandtaschen, sondern gewöhnliche Umschläge verwendet. Dieser platzte beim Transport, und eine der Proben ging verloren. Sie konnte jedoch durch Nachforschungen bei der Post nach zwei Wochen wiederbeschafft werden. Zudem traten während des Rundlaufs bei einigen Laboren Defekte an den Gerätschaften auf. Die Reparatur dieser Geräte beanspruchte entsprechend viel Zeit. Verzögerungen traten auch auf, weil die für den Ringversuch eingeteilten Mitarbeiter erkrankten. Weil die Labore natürlich auch während des Ringversuchs weiterhin Aufträge erhielten und diese oberste Priorität hatten, konnte die vorgegebene Bearbeitungszeit nicht eingehalten werden, und der Versuch dauerte dadurch auch wesentlich länger.

3 Analyse des Ringversuchs

An dem Ringversuch nahmen 16 Labore teil. Es wurden sechs Filter (Filter 1 - Filter 6) ausgewertet. Jedes Labor wertete jeden Filter genau einmal aus. Neun Variablen wurden per Meßprotokoll erhoben, nämlich die Anzahl der Amphibol-Asbestfasern, der Chrysotil-Asbestfasern, die Summe der Amphibol- und Chrysotil-Asbestfasern (kurz: Asbest (gesamt)), die Anzahl sonstiger anorganischer Fasern, der Gipsfasern, der Asbestfasern mit einer Länge $< 5\ \mu m$ (kurz: Asbest (kurz)), der Asbestfasern mit einer Länge $> 100\ \mu m$ (kurz: Asbest (lang)), die Anzahl der Bündel und die Summe der Einzelfasern in den Bündeln (kurz: Bündel (Summe)). Die Variablen wurden noch in zwei Gruppen unterteilt, und zwar in die Gruppe der Hauptzielgrößen, also Asbest (gesamt), Amphibol, Chrysotil und anorganische Fasern und die Gruppe der weiteren Zielgrößen, nämlich Gips, Asbest (kurz), Asbest (lang), Bündel und Bündel (Summe). Leider sind die Angaben zu den Variablen in den Meßprotokollen nicht vollständig. Die meisten Labore haben das Hochrechnen der Zählergebnisse, falls es nötig war, nicht durchgeführt. Die hochgerechneten Ergebnisse wurden nachträglich berechnet. Das Zählergebnis für eine Faserart auf einem Filter läßt sich als eine Realisierung einer Poisson–verteilten Zufallsvariablen auffassen. Diese Auffassung ist in Übereinstimmung mit der Festlegung in den VDI Normen 3492 Blatt 1 und 3492 Blatt 2.

In Pionierarbeit hat der VDI bereits einen Ringversuch zur Asbestfaseranalytik durchgeführt, der eine andere Designphilosophie verfolgt. In diesem Versuch wird nämlich auf den Einsatz von Referenzlaboren vertraut, und dieses wird bei der Analyse durch den VDI in der Art und Weise berücksichtigt, daß die Meßwerte der Referenzlabore als Vergleichskriterium benutzt werden, vgl. auch Höfert (1996a, 1996b). Eine alternative Auswertung für diesen ersten VDI–Ringversuch schlagen Hartung/Knapp (1998) vor.

Die Grundlage für die Auswertung der Daten und die Bewertung der Qualität der Meßinstitute bilden eine varianzstabilisierende Transformation und insbesondere multiple Vergleiche , wie sie in Hartung (1997, 1998) und im klassischen Buch von Scheffé (The Analysis of Variance, 1959) dargestellt sind. Die multiplen Vergleiche werden hier in abgewandelter Form verwendet, da nach der Transformation der Zählergebnisse die Varianz bekannt ist. Die varianzstabilisierende Transformation, $\sqrt{3/8+X}$ (hier bezeichnet X die Anzahl der beobachteten Fasern), wird ausführlich von Anscombe (1948) motiviert und hergeleitet, siehe auch Hartung (1998, S.349). Für die durchgeführte Clusteranalyse sei auf Hartung/Elpelt (Multivariate Statistik, 1995) verwiesen.

Die Analyse der Meßqualität der Labore erfolgt in mehreren Etappen. Es wird eine Ranganalyse, eine Homogenitätsanalyse und eine Ähnlichkeitsanalyse der Labore durchgeführt. Ziel der Ranganalyse ist eine Bewertung der Labore bezogen auf ein Zentrum. Dabei wird das Zählverhalten der Meßinstitute sowohl für die Faserarten als auch für die einzelnen Filter und alle Daten beurteilt. Die Homogenitätsanalyse faßt die Labore in nicht notwendigerweise disjunkte homogene Gruppen zusammen. Eine Klassifikation der Labore ist das Ziel einer Ähnlichkeitsanalyse. Hier sollen Labore mit einem ähnlichen Zählverhalten in homogene Gruppen zusammengefaßt werden.

Insgesamt läßt sich zu den Bewertungskriterien sagen (basierend auf den transformierten Daten):

1. **Ranganalyse:**

   Jedes Labor wird mit dem Zentrum (Mittelwert) verglichen. Dazu dient die Teststatistik der simultanen bzw. multiplen Vergleiche zum Mittel nach Scheffé.

   Die Einteilung in Abweichungsklassen vom Zentrum erfolgt nach den daraus berechneten P–Werten. Zur Illustration werden dort auch die standardisierten Differenzen zum Mittelwert mit aufgeführt, welche die Grundlage für die Teststatistik bilden. Sie sind schlicht definiert (in den transformierten Daten) als Differenz eines Laborwertes zum Mittelwert, dividiert durch die Standardabweichung eben dieser Differenz.

2. **Homogenitätsanalyse:**

   Ausgangspunkt sind die simultanen bzw. multiplen paarweisen Vergleiche der Labore nach Scheffé. Das Gesamt–Test–Niveau ist dabei jeweils 5 %. Labore, die sich zu diesem Gesamt–Niveau nicht signifikant unterscheiden, bilden eine Gruppe, die in diesem Sinne dann homogen ist. Dabei können einzelne Labore durchaus in mehreren Gruppen gleichzeitig vertreten sein !

3. **Ähnlichkeitsanalyse:**
   Hier werden die Labore in disjunkte Systeme homogener Klassen eingeteilt (Dendrogramme). Im Gegensatz zur Homogenitätsanalyse ist hier ein Labor immer nur in genau einer Klasse vertreten. Als Gütemaß für die Ähnlichkeit der Elemente innerhalb einer jeweiligen Klassenbildung auf den Stufen des hierarchischen Klassenbildungs–Systems wird ein Distanz–Index berechnet, der jeweils links neben dem Dendrogramm auf einer Hochachse eingezeichnet ist ; die Skala beginnt dabei immer beim Wert 0 $\widehat{=}$ absolut homogen $\widehat{=}$ identische bzw. einzelnes Objekt.

Hinzuweisen ist darauf, daß die Ähnlichkeitsanalyse nicht mit einem Signifikanz–Niveau statistisch abgesichert werden kann, im Gegensatz zur oben dargestellten Rang– und Homogenitätsanalyse, die auf einem Signifikanz–Test beruhen, in diesem Sinne sind diese Verfahren konfirmativ, d.h. sie erlauben klar abgesicherte Entscheidungen. Abschließend sollen die wichtigsten Ergebnisse der Analyse wiedergegeben werden.

3.1 Vergleiche zum Zentrum

Die Bewertung der Labore wird mit Hilfe aller Daten {Faser (gesamt)}, also der gemittelten Zählergebnisse für Amphibol, Chrysotil und anorg. Fasern, durchgeführt. Die Reihung der Labore erfolgt dabei nach dem jeweiligen Abstand zum Zentrum, wobei die Bewertungsgrenzen vom Beirat (orientiert nach den P–Werten der entsprechenden Teststatistiken) festgelegt wurden. Die Bewertung wird in Form einer Tabelle wiedergegeben, siehe Tab. 3.1.1.

Tabelle 3.1.1: Vergleich der Einzellabore mit dem Zentrum und ihre Bewertung anhand der gemittelten Daten

	alle Daten	Fasern ($\varnothing > 0.2\mu m$)
Labor	Faser (gesamt)	Faser (gesamt)
1	oo	$-$
2	++++	oo
3	o	oo
4	$----$	$----$
5	oo	oo
6	oo	oo
7	oo	oo
8	++++	o
9	oo	oo
10	$----$	$----$
11	++++	++++
12	oo	oo
13	o	o
14	$-$	oo
15	o	+++
16	o	o

Legende:

oo: im Zentrum
o: geringe Abweichung vom Zentrum

$\left.\begin{array}{l}\text{oo: im Zentrum}\\ \text{o: geringe Abweichung vom Zentrum}\end{array}\right\}$ Durchschnittsbereich

$-/+$: geringe Abweichung vom Durchschnittsbereich nach unten/oben

$--/++$: mittlere Abweichung vom Durchschnittsbereich nach unten/oben

$---/+++$: starke Abweichung vom Durchschnittsbereich nach unten/oben

$----/++++$: deutliche Abw. vom Durchschnittsbereich nach unten/oben

Wie der Tabelle zu entnehmen ist, unterscheiden sich die Labore bzgl. ihres Zählverhaltens. Es gibt Labore, die deutlich mehr Fasern zählen als das Zentrum, und es gibt aber auch Labore, die deutlich weniger Fasern zählen als das Zentrum. Diese Labore unterscheiden sich vom Durchschnittsbereich. Diese großen Unterschiede werden jedoch relativiert, wenn man die Faserarten und Filter getrennt betrachtet. Wie den beiden folgenden Tabellen zu entnehmen ist, treten Unterschiede zum Zentrum nur bei den Amphibol-Fasern auf. Bezüglich Chrysotil und anorganischer Fasern unterscheiden sich die Labore nicht vom Zentrum.

Betrachtet man die Filter, so zeigt sich, daß die Unterschiede nur bei den hoch belegten Filtern 2, 4 und 6 auftreten. Bezüglich der Filter 1, 3 und 5 liegen die Labore im Durchschnittsbereich. Allerdings sind die auftretenden Unterschiede bezüglich der Amphibol-Fasern und den hoch belegten Filtern derart dominant, daß sie sich bei der Gesamtbewertung durchsetzen.

Tabelle 3.1.2: Vergleich der Einzellabore mit dem Zentrum und ihre Bewertung anhand der Faserarten, gemittelt über die sechs Filter

Labor	Amphibol	Chrysotil	Sonstige anorg. Fasern
1	o	oo	oo
2	++++	oo	oo
3	o	oo	oo
4	−−−−	oo	oo
5	−−	oo	oo
6	oo	oo	oo
7	oo	oo	oo
8	++++	oo	oo
9	oo	oo	oo
10	−−−−	oo	oo
11	++++	oo	oo
12	−−−−	oo	oo
13	o	oo	oo
14	o	oo	oo
15	++++	oo	oo
16	o	oo	oo

Legende:

oo: im Zentrum
o: geringe Abweichung vom Zentrum
} Durchschnittsbereich

−/+ : geringe Abweichung vom Durchschnittsbereich nach unten/oben

− − / + + : mittlere Abweichung vom Durchschnittsbereich nach unten/oben

− − −/ + ++ : starke Abweichung vom Durchschnittsbereich nach unten/oben

− − − − / + + + + : deutliche Abw. vom Durchschnittsbereich nach unten/oben

Tabelle 3.1.3: Vergleich der Einzellabore mit dem Zentrum anhand der gemittelten Daten für Amphibol, Chrysotil und anorg. Fasern pro Filter

Labor	Filter 1	Filter 2	Filter 3	Filter 4	Filter 5	Filter 6
1	oo	oo	oo	oo	oo	o
2	o	oo	oo	oo	oo	+
3	oo	oo	oo	oo	oo	o
4	oo	oo	oo	−−	oo	−−
5	oo	oo	oo	oo	oo	oo
6	oo	oo	oo	oo	oo	oo
7	oo	oo	oo	oo	oo	oo
8	oo	o	oo	++++	oo	oo
9	oo	−	oo	oo	oo	oo
10	oo	o	oo	−	oo	− − −−
11	oo	+ + ++	oo	++	oo	oo
12	oo	o	oo	oo	oo	oo
13	oo	oo	oo	oo	oo	o
14	oo	oo	oo	o	oo	o
15	oo	oo	oo	oo	oo	+
16	oo	oo	oo	oo	oo	++++

Legende:

oo: im Zentrum
o: geringe Abweichung vom Zentrum
} Durchschnittsbereich

−/+ : geringe Abweichung vom Durchschnittsbereich nach unten/oben

− − / + + : mittlere Abweichung vom Durchschnittsbereich nach unten/oben

− − −/ + ++ : starke Abweichung vom Durchschnittsbereich nach unten/oben

− − − − / + + + + : deutliche Abw. vom Durchschnittsbereich nach unten/oben

Die nachfolgenden drei Abbildungen illustrieren, wie weit sich ein Labor vom Zentrum befindet. Das Zentrum wird durch die Nullinie repräsentiert. Es werden die standardisierten Differenzen der jeweiligen Labore zum Zentrum betrachtet. Es werden Grafiken bezüglich der Variablen Faser (gesamt), d.h. es werden die gemittelten Daten für Amphibol, Chrysotil und anorg. Fasern betrachtet, und bezüglich der wenig belegten Filter 1, 3, 5 und bezüglich der hoch belegten Filter 2, 4 und 6, d.h. die Zählergebnisse für Amphibol, Chrysotil und anorg. Fasern werden pro Filter gemittelt, präsentiert.

In Abb. 3.1.1 ist auffallend, daß die Labore 2 und 8, die beide sehr viele Fasern zählen, in Richtung Zentrum rutschen, wenn bei der Analyse die feinen Fasern nicht berücksichtigt werden, während Labor 11, auch ein Labor, das viele Fasern zählt, seine Position behält. Dies deutet darauf hin, daß die Labore 2 und 8 sehr viele feine Fasern gezählt haben. Die Labore 4 und 10, die beide die wenigsten Fasern zählen, verlassen diese Position auch nicht, wenn die feinen Fasern nicht mit ausgewertet werden. Die Labore 6 und 7 befinden sich immer in der Nähe des Zentrums, unabhängig davon, welche Daten der Auswertung zu Grunde liegen. Labor 14 zählt deutlich weniger Fasern als das Zentrum, rutscht aber in die Nähe des Zentrums, wenn die feinen Fasern bei der Analyse ausgeschlossen werden. Dieses Labor hat wohl viele feine Fasern übersehen. Die Labore 9 und 12 zählen weniger Fasern als das Zentrum, wenn alle Daten zur Auswertung herangezogen werden, zählen dann aber etwas mehr Fasern als das Zentrum, wenn die feinen Fasern ausgeschlossen sind.

Abb. 3.1.1: Standardisierte Differenz der Labore zum Zentrum anhand der gemittelten Daten für Amphibol, Chrysotil und anorg. Fasern {Faser (gesamt)}

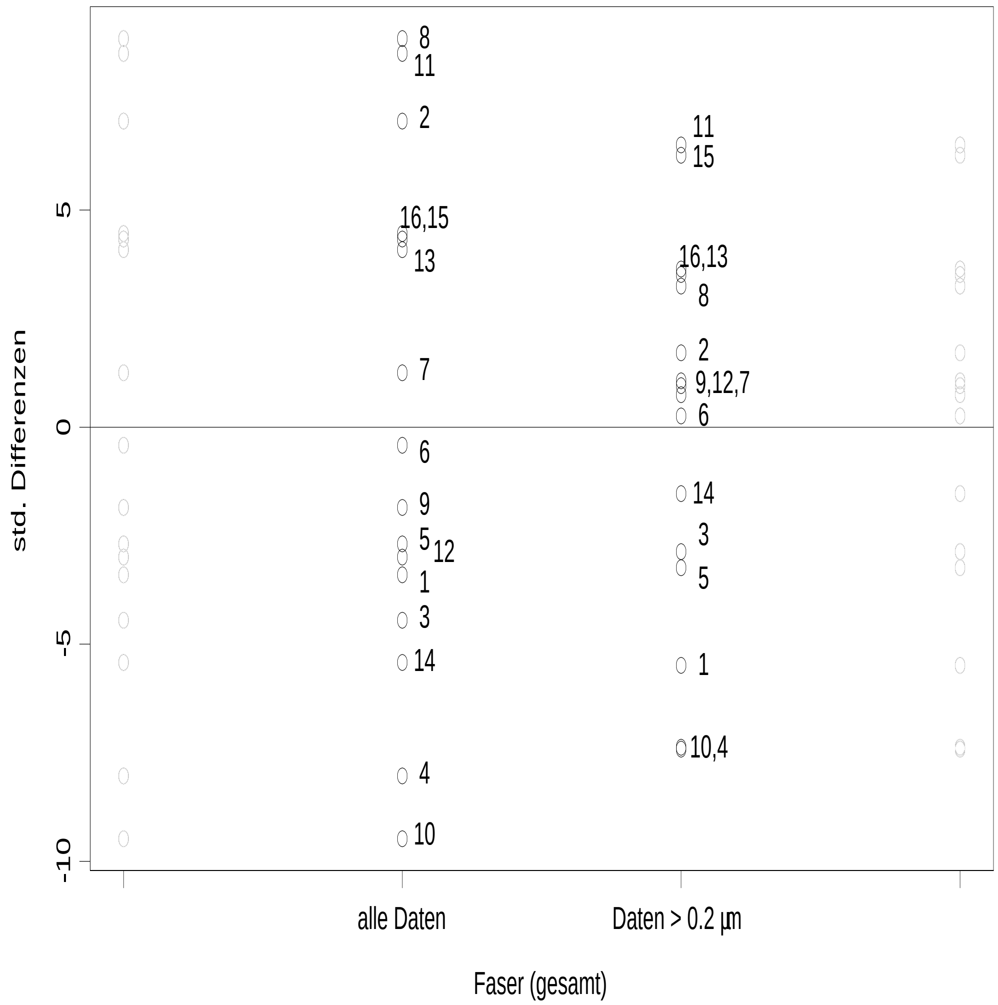


Abb. 3.1.2: Standardisierte Differenz der Labore zum Zentrum anhand der gemittelten Daten pro Filter für Amphibol, Chrysotil und anorg. Fasern (Filter 1, 3, 5)

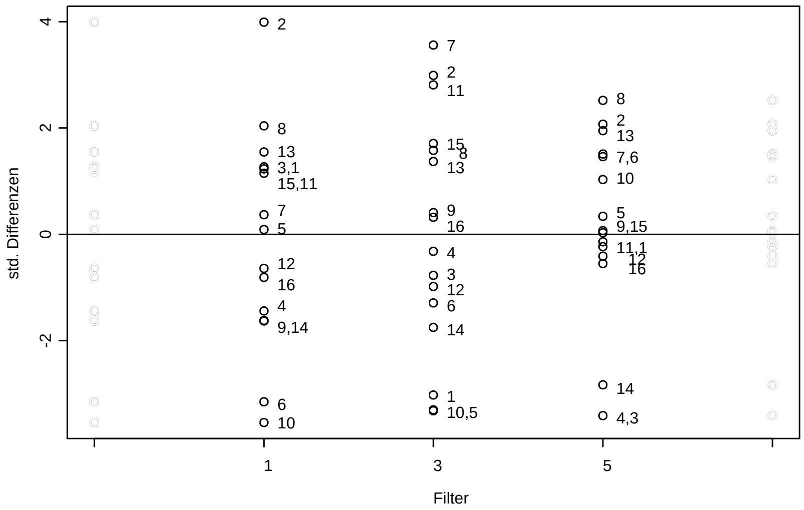
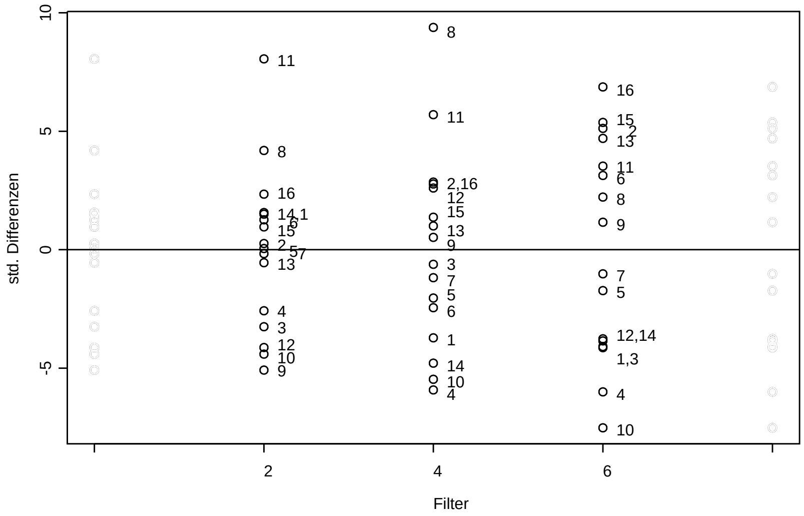


Abb. 3.1.3: Standardisierte Differenz der Labore zum Zentrum anhand der gemittelten Daten pro Filter für Amphibol, Chrysotil und anorg. Fasern (Filter 2, 4, 6)



3.2 Überlappende Partitionierung der Labore in homogene Klassen

In den folgenden Tabellen wird die transformierte Faserzahl, die ein Labor gezählt hat, der Größe nach geordnet ausgegeben. Zusätzlich werden die Labore mit Buchstaben markiert. Labore, die den gleichen Buchstaben tragen, unterscheiden sich nicht voneinander und bilden eine homogene Gruppe. Es wird also eine Klassifikation der Labore mit nicht notwendigerweise disjunkten Klassen durchgeführt. Dargestellt sind die Ergebnisse für Faser (gesamt), d.h. es werden die gemittelten Daten für Amphibol, Chrysotil und anorg. Fasern betrachtet, und die Filter, d.h. die Zählergebnisse für Amphibol, Chrysotil und anorg. Fasern werden pro Filter gemittelt.

Tabelle 3.2.1: Gemittelte Daten für Amphibol, Chrysotil und anorg. Fasern { Faser (gesamt)}

labor	faser						
8	12.592440	A					
11	12.476250	A					
2	11.944841	A	B				
16	11.057006	A	B	C			
15	11.011003	A	B	C			
13	10.929087	A	B	C	D		
7	9.959029		B	C	D	E	
6	9.385701			C	D	E	
9	8.895977			C	D	E	
5	8.607760			C	D	E	F
12	8.507616				D	E	F
1	8.366873					E	F
3	8.005272					E	F
14	7.673078					E	F
4	6.781636						F
10	6.284848						F

Tabelle 3.2.2: Gemittelte Daten für Amphibol, Chrysotil und anorg. Fasern auf Filter 1

labor	faser	
2	3.286821	A
8	2.741686	A B
13	2.605382	A B
3	2.525773	A B
1	2.515518	A B
15	2.493432	A B
11	2.491627	A B
7	2.274112	A B
5	2.195987	A B
12	1.993316	A B
16	1.943860	A B
4	1.767596	A B
9	1.719220	A B
14	1.715281	A B
6	1.292209	A B
10	1.181050	B

Tabelle 3.2.3: Gemittelte Daten für Amphibol, Chrysotil und anorg. Fasern auf Filter 2

labor	faser				
11	5.528038	A			
8	4.448974	A	B		
16	3.931843	A	B	C	
14	3.716119	A	B	C	D
1	3.698801	A	B	C	D
6	3.630540	A	B	C	D
15	3.546065	A	B	C	D
2	3.350420		B	C	D
5	3.293547		B	C	D
7	3.232198		B	C	D
13	3.123981		B	C	D
4	2.557342		B	C	D
3	2.370598			C	D
12	2.123529			C	D
10	2.045549			C	D
9	1.858805				D

Tabelle 3.2.4: Gemittelte Daten für Amphibol, Chrysotil und anorg. Fasern auf Filter 3

labor	faser	
7	3.946994	A
2	3.788423	A
11	3.735794	A
15	3.429445	A
8	3.392452	A
13	3.333539	A
9	3.065239	A
16	3.041077	A
4	2.861939	A
3	2.737664	A
12	2.678153	A
6	2.592103	A
14	2.462105	A
1	2.107270	A
10	2.028797	A
5	2.023861	A

Tabelle 3.2.5: Gemittelte Daten für Amphibol, Chrysotil und anorg. Fasern auf Filter 4

labor	faser				
8	6.957630	A			
11	5.930194	A	B		
2	5.133332	A	B	C	
16	5.111004	A	B	C	
12	5.063792	A	B	C	
15	4.721335		B	C	D
13	4.615543		B	C	D
9	4.482933		B	C	D
3	4.164896		B	C	D
7	4.007245		B	C	D
5	3.767569			C	D
6	3.652280			C	D
1	3.297557			C	D
14	2.998389				D
10	2.808377				D
4	2.683610				D

Tabelle 3.2.6: Gemittelte Daten für Amphibol, Chrysotil und anorg. Fasern auf Filter 5

labor	faser	
8	2.675947	A
2	2.550372	A
13	2.517950	A
7	2.394617	A
6	2.380468	A
10	2.260558	A
5	2.068901	A
9	1.993316	A
15	1.981638	A
11	1.932634	A
1	1.908472	A
12	1.858805	A
16	1.818551	A
14	1.181050	A
4	1.020621	A
3	1.020621	A

Tabelle 3.2.7: Gemittelte Daten für Amphibol, Chrysotil und anorg. Fasern auf Filter 6

labor	faser						
16	6.267677	A					
15	5.850091	A	B				
2	5.780312	A	B				
13	5.661780	A	B				
11	5.334214	A	B	C			
6	5.223803	A	B	C	D		
8	4.968189	A	B	C	D		
9	4.672441	A	B	C	D	E	
7	4.062891		B	C	D	E	F
5	3.865653		B	C	D	E	F
12	3.297637			C	D	E	F
14	3.273213				D	E	F
1	3.206129				D	E	F
3	3.190992				D	E	F
4	2.672165					E	F
10	2.245366						F

3.3 Disjunkte Partitionierung der Labore in homogene Klassen

Das Ziel einer Ähnlichkeitsanalyse ist eine Einteilung der Labore in homogene Klassen. Die Gruppenbildung soll so erfolgen, daß Labore mit einem ähnlichen Zählverhalten in derselben Gruppe zusammengefaßt werden. Die Partitionierung der Objekte (hier: Labore) erfolgt disjunkt, d.h. jedes Objekt gehört genau zu einer Klasse. Als Verfahren wird die Clusteranalyse verwendet. Dazu wird mit der Variablen Faser (gesamt), d.h. es werden die gemittelten Daten für Amphibol, Chrysotil und anorg. Fasern betrachtet, eine explorative Clusteranalyse durchgeführt. Konkret wird ein hierarchisch agglomeratives Verfahren (Complete Linkage) mit einer euklidischen Distanzmatrix verwendet. Es wird auch eine Clusteranalyse für die Filter getrennt gerechnet. Dabei werden hier Variablen mit fehlenden Werten nicht berücksichtigt, desweiteren auch Faserarten, die nur selten auftauchen, da sie nicht zur Unterscheidung beitragen können. Verwendet werden die Variablen Amphibol, Chrysotil und anorg. Faser. Die Variable Asbest (gesamt) weist eine hohe Korrelation mit der Variablen Amphibol auf und wird deshalb in die Clusteranalyse nicht einbezogen. Die Clusteranalyse wird mit den transformierten Daten gerechnet. Das Ergebnis der Clusteranalyse wird durch ein Dendrogramm veranschaulicht.

Das Dendrogramm ist eine grafische Umsetzung einer Clusteranalyse in Form eines Stammbaumes. Das hier abgebildete Dendrogramme ist von unten nach oben zu lesen. Auf der Hochachse ist ein Index abgetragen, mit dessen Hilfe die Homogenität der einzelnen Klassen beurteilt werden kann. Werden zwei Klassen auf einem niedrigen Wert des Index vereinigt, so sind sich die beiden Klassen ähnlicher,und die Klassenbildung ist homogener, als wenn zwei Klassen auf einem hohen Niveau des Index vereinigt werden. Eine Klasse, die über einen weiten Bereich des Index nicht mit einer anderen Klasse vereinigt wird, ist von den übrigen Klassen als deutlich verschieden anzusehen. Die Klassenbildung verläuft im allgemeinen folgendermaßen: Jedes Objekt (hier: Labor) bildet zuerst eine eigene Klasse (unterste Ebene des Dendrogramms), im nächsten Schritt werden die ähnlichsten Objekte zu einer Klasse verschmolzen. Dieses Vorgehen wird so lange iteriert, bis alle Objekte in einer gemeinsamen Klasse sind (oberste Ebene des Dendrogramms).

Abb. 3.3.1: Dendrogramm zu gemittelten Daten mit Amphibol, Chrysotil und anorg. Fasern { Faser (gesamt)}

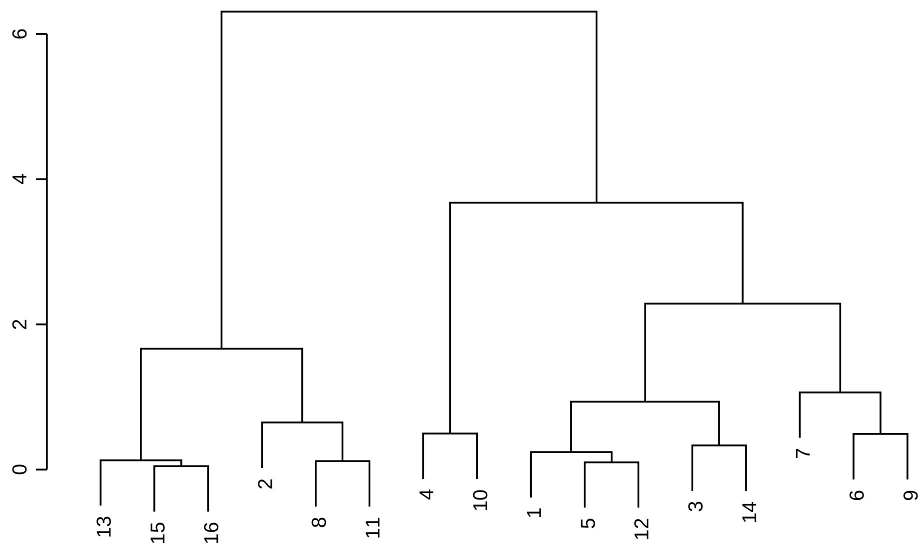
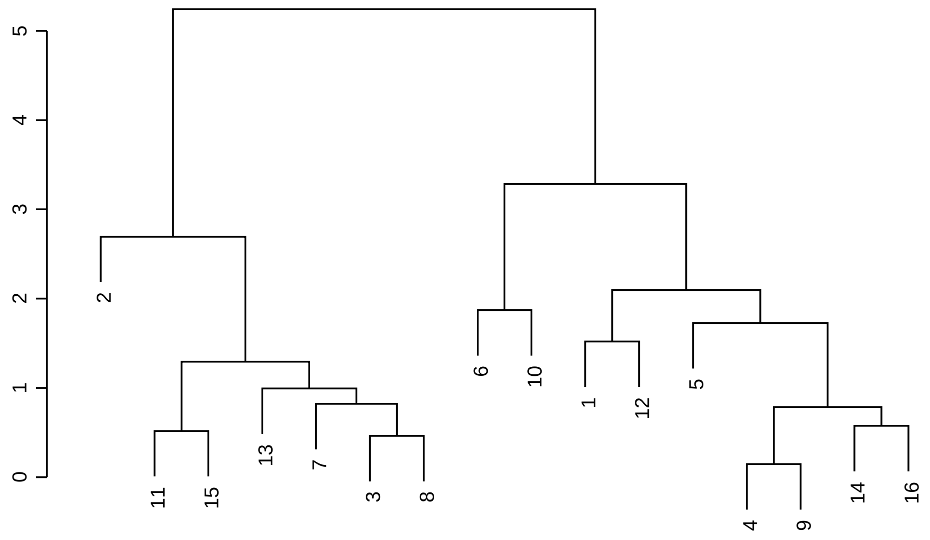
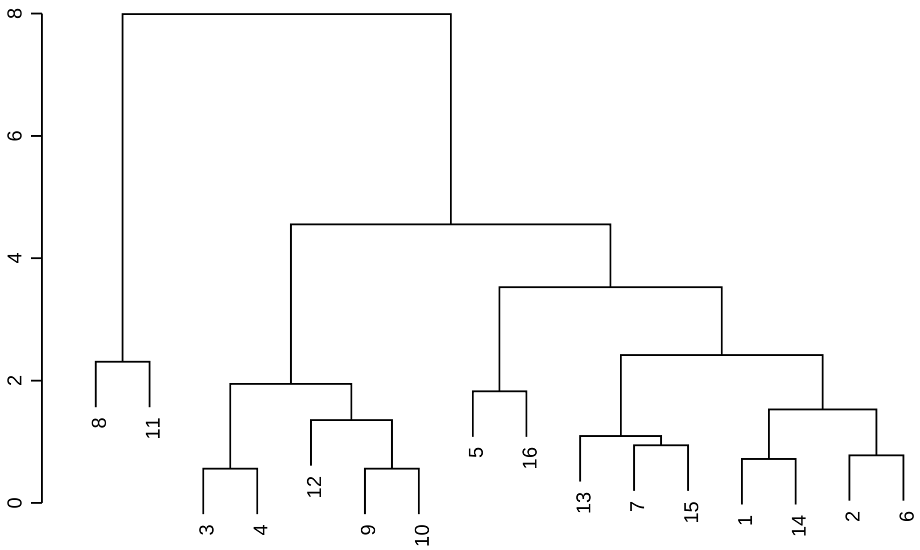


Abb. 3.3.2: Dendrogramm zu Filter 1 (transf. Daten)



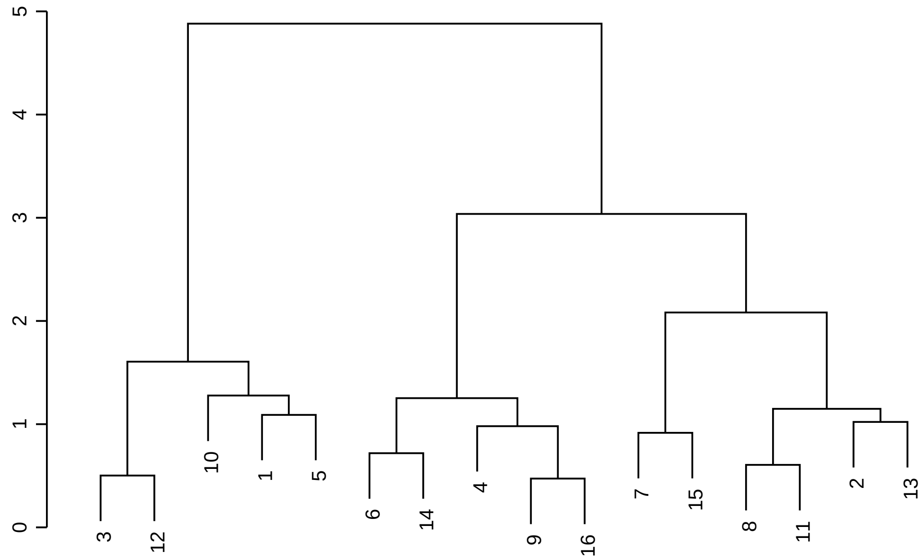
Filter 1 Mit Hilfe des Dendrogramms lassen sich die Labore in zwei Gruppen einteilen, eine Gruppe besteht aus sieben Laboren, die zweite aus den restlichen neun Laboren. Die erste Gruppe (Labore 2, 3, 7, 8, 11, 13 und 15) zählt mehr Fasern als die zweite Gruppe. In der ersten Gruppe ist das Labor 2 noch als verschieden von den übrigen anzusehen.

Abb. 3.3.3: Dendrogramm zu Filter 2 (transf. Daten)



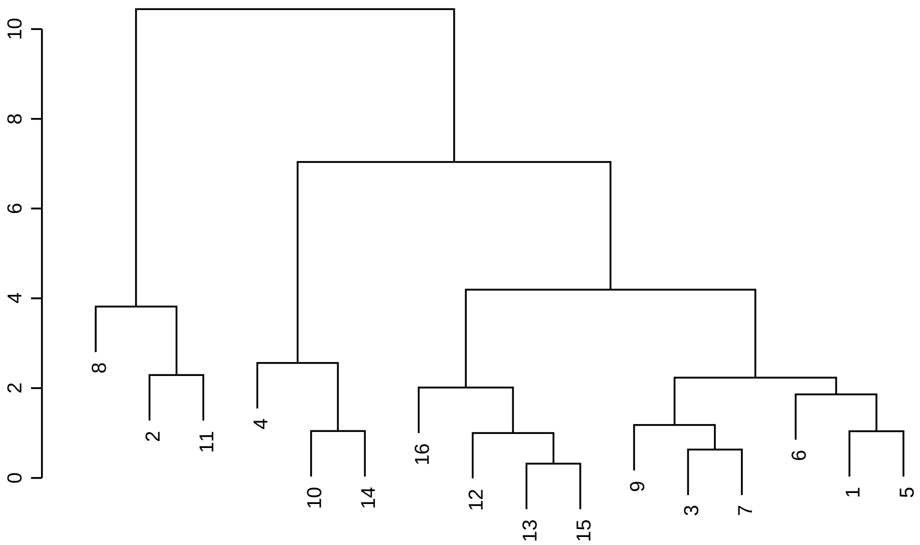
Filter 2 Auf Filter 2 lassen sich die Labore in drei Gruppen einteilen. Eine Gruppe besteht aus den Laboren 8 und 11, diese Gruppe unterscheidet sich von den beiden übrigen deutlich. Labor 8 und 11 zählen mehr Fasern als die Labore in den beiden übrigen Gruppen. Die Gruppe, die aus den Laboren 3, 4, 9, 10 und 12 besteht, zählt weniger Fasern als die anderen Gruppen. Die übrigen Labore bilden das Mittelfeld.

Abb. 3.3.4: Dendrogramm zu Filter 3 (transf. Daten)



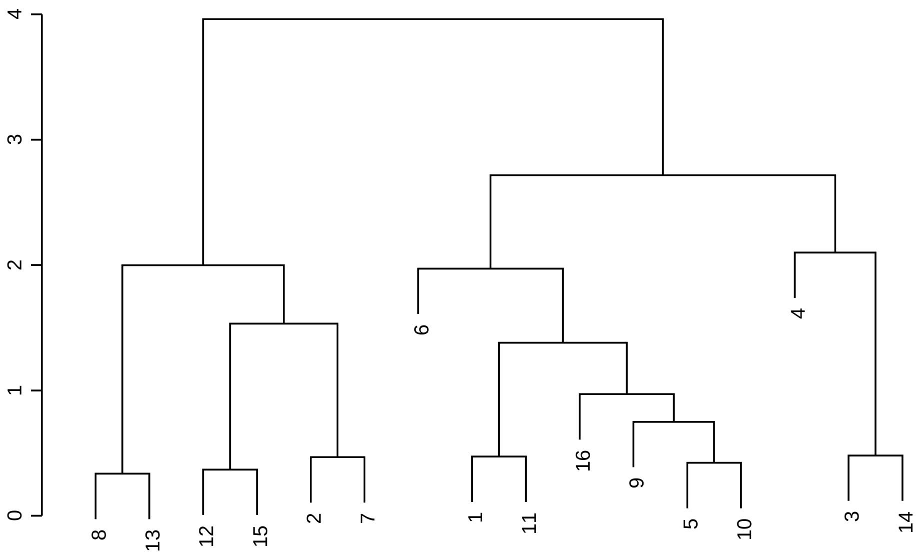
Filter 3 Auf dem dritten Filter läßt sich eine Dreiteilung der Labore beobachten. Die Labore 1, 3, 5, 10 und 12 bilden eine Gruppe von Laboren, die eher wenig Fasern zählen. Die Labore 4, 6, 9, 14 und 16 bilden die mittlere Gruppe. Die Labore der letzten Gruppe zählen mehr Fasern als die restlichen Labore.

Abb. 3.3.5: Dendrogramm zu Filter 4 (transf. Daten)



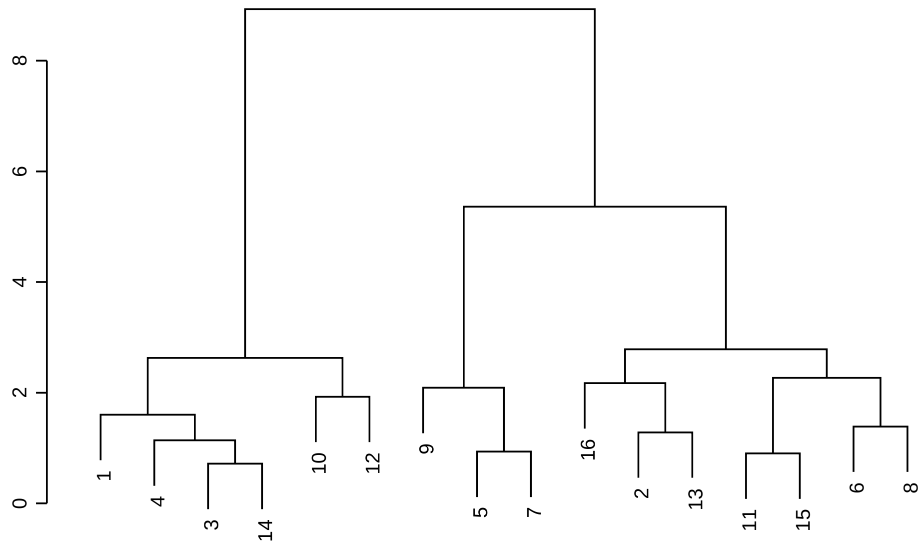
Filter 4 Auch auf Filter 4 läßt sich eine Einteilung der Labore in drei Gruppen beobachten. Die Labore 2, 8 und 11 bilden eine Gruppe von Laboren, die sich deutlich von den anderen unterscheidet und mehr Fasern zählt als die restlichen Labore. Eine Gruppe von Laboren, die wenig Fasern zählen, besteht aus den Meßinstituten 4, 10 und 14. Die übrigen Labore bilden das Mittelfeld.

Abb. 3.3.6: Dendrogramm zu Filter 5 (transf. Daten)



Filter 5 Hier lassen sich die Labore in zwei Gruppen einteilen. Die Gruppe mit den Laboren 2, 7, 8, 12, 13 und 15 zählt mehr Fasern als die Labore der anderen Gruppe. In dieser Gruppe unterscheiden sich die Labore 3, 4 und 14 noch von den restlichen Gruppenmitgliedern.

Abb. 3.3.7: Dendrogramm zu Filter 6 (transf. Daten)



Filter 6 Die Labore lassen sich in drei Gruppen klassifizieren. Die Gruppe der Labore 2, 6, 8, 11, 13, 15 und 16 zählt mehr Fasern als die Labore der beiden übrigen Gruppen. Das Mittelfeld wird von den Laboren 5, 7 und 9 gebildet. Die anderen Labore bilden eine Gruppe von Meßinstituten, die wenig Fasern zählen.

Es läßt sich feststellen, daß auf den hoch belegten Filtern eine Einteilung der Labore in drei Gruppen vorgenommen werden kann, während auf den niedrig belegten Filtern sich eine Einteilung in zwei Gruppen vornehmen läßt. Die Labore 2, 8 und 11 gehören eher in die Gruppe der Labore, die mehr Fasern zählen als der Rest. Das Labor 10 hingegen gehört in die Gruppe der Labore, die im Vergleich zu den anderen weniger Fasern zählen. Die anderen Labore lassen sich nicht so klar einordnen, sie wechseln je nach Filter die

Gruppenzugehörigkeit, mal messen sie mehr als der Rest , mal weniger oder sie gehören in die mittlere Kategorie.

4 Subgruppenanalysen

Zum Abschluß werden noch die kurzen Asbestfasern und ein neu angelegter Datensatz ausgewertet. Eine weitergehende Analyse der kurzen Asbestfasern erscheint angebracht, weil sehr viele kurze Fasern auf den Filtern zu finden waren. Die unterschiedliche Vorgehensweise der einzelnen Labore, sehr dünne Fasern auszuwerten, führte auch zu der Entscheidung, einen neuen Datensatz mit Fasern anzulegen, deren Durchmesser größer als 0.2 μm ist, und diesen dann noch einmal zu analysieren.

Bei der Variablen Asbest (kurz) fehlen 1/4 der Daten, so daß das Zählverhalten der Labore mit fehlenden Werten nicht beurteilt werden kann. Die Labore 2, 12, 13 und 15 können wegen fehlender Daten daher nicht mit dem Zentrum verglichen werden. Die Labore 3, 4, 5, 9 und 10 zählen weniger Fasern als das Zentrum, die Labore 4 und 10 weichen hierbei noch mehr ab als die übrigen. Mehr Fasern als das Zentrum zählen die Labore 1, 6, 8 und 11, und in dieser Gruppe weichen die Labore 8 und 11 von den restlichen ab, wobei Labor 11 sich sehr deutlich vom Zentrum unterscheidet. Dem Zentrum ähnlich sind nur die Labore 7, 14 und 16.

Der neu angelegte Datensatz enthält Fasern, deren Durchmesser größer als 0.2 μm ist. Es werden nicht alle Variablen erhoben, sondern nur die Hauptzielgrößen Asbest (gesamt), Amphibol, Chrysotil und anorganische Fasern.

Asbest (gesamt) Im Vergleich zum Zentrum zählen die Labore 1, 4, 5 und 10 weniger Fasern als das Zentrum, wobei Labor 10 extrem wenig Fasern zählt. Die Labore 8, 11 und 15 zählen mehr Fasern als das Zentrum, die restlichen Labore unterscheiden sich nicht vom Zentrum.

Amphibol Die Labore 1, 4, 5 und 10 zählen weniger Amphibol-Fasern als das Zentrum, während die Labore 8, 11 und 15 mehr Fasern als das Zentrum zählen.

Chrysotil und anorganische Fasern Bezüglich dieser beiden Faserarten findet man keine Unterschiede der Labore zum Zentrum.

Um alle Daten gemeinsam auszuwerten wurden zunächst die Faserarten Amphibol, Chrysotil und anorganische Fasern innerhalb der Labore aufsummiert (für jeden Filter) und anschließend über die sechs Filter gemittelt, also die Größe Faser (gesamt).

Die Labore 1, 4 und 10 zählen weniger Fasern als das Zentrum. Nur die Labore 11 und 15 zählen mehr Fasern als das Zentrum. Alle übrigen Labore unterscheiden sich nicht vom Zentrum. Die Bewertung der Labore anhand aller Daten ergibt folgende Tabelle:

Tabelle 4.1: Vergleich der Einzellabore mit dem Zentrum und ihre Bewertung anhand der gemittelten Daten für Amphibol, Chrysotil und anorg. Fasern {Faser (gesamt)}, Fasern ($\varnothing > 0.2\ \mu m$), gemittelt über die sechs Filter

Labor	Bewertung
1	−
2	oo
3	oo
4	− − −−
5	oo
6	oo
7	oo
8	oo
9	oo
10	− − −−
11	+++
12	oo
13	oo
14	oo
15	+++
16	oo

Legende:

oo: im Zentrum
o: geringe Abweichung vom Zentrum
} Durchschnittsbereich

−/+ : geringe Abweichung vom Durchschnittsbereich nach unten/oben

− − / + + : mittlere Abweichung vom Durchschnittsbereich nach unten/oben

− − −/ + ++ : starke Abweichung vom Durchschnittsbereich nach unten/oben

− − − − / + + + + : deutliche Abw. vom Durchschnittsbereich nach unten/oben

5 Post–Analyse

Nach einer ersten Auswertung der Daten fiel auf, daß ein Filterstück eines Filters nicht so belegt war wie die übrigen drei Filterstücke des entsprechenden Filters. Es wurde daraufhin beschlossen, den zwei davon betroffenen Laboren, die dieses Filterstück untersucht hatten, ein anderes Filterstück dieses Filters noch einmal zur Untersuchung zu schicken. Es wurde anschließend eine erneute Analyse und Gesamtbewertung der Labore durchgeführt. Es wird eine Analyse mit den gemittelten Daten, { Faser (gesamt)}, es werden also die Amphibol-, Chrysotil- und anorg. Fasern innerhalb der Labore aufsummiert (für jeden Filter) und anschließend wird über die sechs Filter gemittelt, durchgeführt.

Fazit: Geringfügige Änderung des Gesamtergebnisses, lediglich bei Labor 14 wird aus „geringer Abweichung vom Durchschnittsbereich nach unten" (−) eine „mittlere Abweichung vom Durchschnittsbereich nach unten" (−−).

Tabelle 5.1: Vergleich der Einzellabore mit dem Zentrum und ihre Bewertung anhand der gemittelten Daten , Post-Analyse

	alle Daten
Labor	Faser (gesamt)
1	oo
2	++++
3	o
4	− − −−
5	oo
6	oo
7	oo
8	++++
9	oo
10	− − −−
11	++++
12	oo
13	o
14	−−
15	o
16	o

Legende:

oo: im Zentrum
o: geringe Abweichung vom Zentrum
} Durchschnittsbereich

−/+ : geringe Abweichung vom Durchschnittsbereich nach unten/oben

− − / + + : mittlere Abweichung vom Durchschnittsbereich nach unten/oben

− − −/ + ++ : starke Abweichung vom Durchschnittsbereich nach unten/oben

− − − − / + + + + : deutliche Abw. vom Durchschnittsbereich nach unten/oben

Literatur

1. Anscombe, F.J. (1948): The transformation of Poisson, Binomial and Negative–Binomial data. *Biometrika* **35**, 246-254.

2. Hartung, J.; Elpelt, B. (1995): Multivariate Statistik. Lehr–und Handbuch der angewandten Statistik. Oldenbourg Verlag, München.

3. Hartung, J.; Elpelt, B.; Klösener, K.–H. (1998): Statistik. Lehr–und Handbuch der angewandten Statistik. Oldenbourg Verlag, München.

4. Hartung, J.; Elpelt, B.; Voet, B. (1997): Modellkatalog Varianzanalyse. Buch mit CD–ROM. Oldenbourg Verlag, München.

5. Hartung, J.; Knapp, G. (1998): Messen faserförmiger Partikel. Strategie zur Auswertung des ersten VDI–Ringversuchs zur Asbestfaserbestimmung nach Richtlinie VDI 3492 Blatt1. *Allgemeines Statistisches Archiv* **82**, 312-326.

6. Höfert, N.; König, R.; Rödelsperger, K.; Teichert, U. (1996a): Messen faserförmiger Partikel–Erster Ringversuch nach Richtlinie VDI 3492 Blatt 1, Teil 1. *Gefahrstoffe–Reinhaltung der Luft* **56**, 11-15.

7. Höfert, N.; König, R.; Rödelsperger, K.; Teichert, U. (1996b): Messen faserförmiger Partikel–Erster Ringversuch nach Richtlinie VDI 3492 Blatt 1, Teil 2. *Gefahrstoffe–Reinhaltung der Luft* **56**, 63-68.

8. Kommission Reinhaltung der Luft im VDI und DIN (Hrsgb.) (1998): Sicherer Umgang mit Fasermaterialien. VDI Berichte 1417.

9. Scheffé, H. (1959): The Analysis of Variance. Wiley, New York.

Anhang

A Prüfplan

Phase 1

Labor	Sendung 1.1	Nummer
1	$1A_1$ $2B_1$	25
2	$6A_2$ $3B_1$	9
3	$1B_1$ $4A_1$	24
4	$2B_2$ $3A_1$	39
5	$2A_1$ $5B_1$	23
6	$4A_2$ $6B_1$	33
7	$3A_2$ $5B_2$	4
8	$4B_2$ $5A_1$	14

Nicht verschickt: $1B_2$ $2A_2$ $3B_2$ $4B_1$ $5A_2$ $6A_1$ $1A_2$ $6B_2$.

Labor	Sendung 1.2	Nummer
9	$2A_1$ $5B_1$	15
10	$3A_2$ $5B_2$	12
11	$1A_1$ $2B_1$	38
12	$4B_2$ $5A_1$	16
13	$1A_2$ $6B_2$	28
14	$1B_1$ $4A_1$	21
15	$6A_2$ $3B_1$	30
16	$4A_2$ $6B_1$	46

Nicht verschickt: $1B_2$ $2A_2$ $3B_2$ $4B_1$ $5A_2$ $6A_1$ $2B_2$ $3A_1$.

Phase 2

Labor	Sendung 2.1	Nummer
9	$1A_2$ $6B_2$	43
10	$4A_2$ $6B_1$	34
11	$3A_2$ $5B_2$	20
12	$2B_2$ $3A_1$	10
13	$2A_1$ $5B_1$	13
14	$6A_2$ $3B_1$	6
15	$1B_1$ $4A_1$	27
16	$1A_1$ $2B_1$	42

Nicht verschickt: $1B_2$ $2A_2$ $3B_2$ $4B_1$ $5A_2$ $6A_1$ $4B_2$ $5A_1$.

Labor	Sendung 2.2	Nummer
1	$3A_2$ $5B_2$	31
2	$2A_1^*$ $5B_1$	47
3	$6A_2$ $3B_1$	8
4	$1A_2$ $6B_2$	32
5	$4A_2$ $6B_1$	7
6	$2B_2$ $3A_1$	45
7	$1B_1$ $4A_1$	26
8	$1A_1$ $2B_1$	11

Nicht verschickt: $1B_2$ $2A_2$ $3B_2$ $4B_1$ $5A_2$ $6A_1$ $4B_2$ $5A_1$.

*: 47A ($2A_1$) unbrauchbar, Ersatz: $2A_2$.

Phase 3

Labor	Sendung 3.1	Nummer
9	$4A_2$ $3B_1$	29
10	$2A_2$ $1B_1^*$	36
11	$6A_1$ $4B_1$	37
12	$1A_1$ $6B_2$	5
13	$3A_2$ $4B_2$	41
14	$5A_1$ $2B_1$	40
15	$5A_2$ $2B_2$	19
16	$3A_1$ $5B_1$	35

Nicht verschickt: $1A_2$ $1B_2$ $3B_2$ $4A_1$ $5B_2$ $6A_2$ $6B_1$.

*: 36 B ($1B_1$) nicht auswertbar, Ersatz: $1B_2$.

Labor	Sendung 3.2	Nummer
1	$4A_1$ $6B_1$	18
2	$1A_1$ $4B_1$	48
3	$2A_2$ $5B_1$	1
4	$4A_2$ $5B_2$	17
5	$1A_2$ $3B_1$	2
6	$5A_1$ $1B_2$	3
7	$6A_1$ $2B_1$	22
8	$3A_1$ $6B_2$	44

Nicht verschickt: $1B_1$ $2A_1$ $2B_2$ $3A_2$ $3B_2$ $4B_2$ $5A_2$ $6A_2$.

B Verlaufsprotokoll Dipl.–Stat. D. Argaç/ Dr. M. Weber vom 24.6.1998

Verlaufsprotokoll zur Durchführung des Asbest–Ringversuchs

Zielsetzung Veranstalter Fachgruppe / Organisatoren Beirat:
s. Projektbeschreibung vom 22.10.1997

Zeitlicher Ablauf:
- Organisation u.a. Vorbereitungen: seit März 1997
  (Fragebogenaktion zur Faserbewertung)
- Probenrundlauf: November 1997 bis Juni 1998
- Statistische Auswertung: Juli – September 1998

Durchführung:

Es galten die in der Projektbeschreibung vom 22.10.1997 festgelegten Kriterien.
Die Anzahl der am gruppeninternen Asbest–Ringversuch teilnehmenden Meßinstitute betrug 16.

Filtersätze:
- Herkunft:
  Fa. WARTIG Chemieberatung GmbH
- Herstellung:
  6 Filter *(Durchmesser: 37 mm)* wurden in einem mit verschiedenen (Asbest–) Faserarten durchsetzten Luftvolumen (Schleusenkammer) per Probenahmegerät künstlich belegt.
  Alle Filtersätze wurden am R.E.M. auf Eignungstauglichkeit geprüft.
- Präparation:
  Die Ringversuch–Stiftprobenteller (*aus Aluminium; Durchmesser: 12,5mm*) erhielten vor ihrem Einsatz alle eine einheitliche Lasergravur an der Unterseite des Probentellers (RV–A oder RV–B).
  Aus dem quadratischen Mittelstück eines jeden Filters (Filter 1–6) wurden vier Probenstücke, die als gleichartig zu betrachten sind, präpariert und auf diese Stiftprobenteller (mit Kohleleit–Tab–beschichtet) übertragen. Von den vier Probenstückchen eines Filters waren jeweils zwei mit RV–A und RV–B gekennzeichnet.
  Jeder beschickte Stiftprobenteller wurde in einem dafür vorgesehenen Probendöschen (*Fa. Plano*) aufbewahrt und zum Versand in einem wattierten Aluminiumrohr mit zwei Kunststoffkappen druckfest verpackt.
  Alle Filterproben erhielten gemäß dem ursprünglichen Filter eine hausinterne (WARTIG–) Probennummer. Der Probenhalter des Probendöschen als auch auf die Kunstoffkappe wurden entsprechend etikettiert.
  Die so vorbereiteten 24 Filterproben wurden dem Lehrstuhl Statistik mit Anwendungen, Universität Dortmund zur Verfügung gestellt.

Rundlauf der Filterproben:

- Verteiler:
  Herr Dipl.−Stat. Argac,
  wissenschaftlicher Mitarbeiter von Prof. Dr. Hartung
  am Lehrstuhl Statistik mit Anwendungen im Bereich der Ingenieurwissenschaften,
  Fachbereich Statistik, Universität Dortmund,
  Vogelpothsweg 87, Postfach 50 05 00,
  4600 Dortmund 50,
  Tel.: 0231/ 755−31−16, Fax: 0231/ 755−5304
- Anonymisierung:
  Das Etikett mit der WARTIG−Probennummer wurde entfernt und für den Versand spezielle Etiketten mit neuer Kodierung verwendet (s.u.). Diese Kodierung war den Ringversuchteilnehmern natürlich unbekannt.
  Den Laboren wurden nach dem Zufallsprinzip jeweils eine Zahl zwischen 1 und 16 zugeordnet. Anschließend wurden zwei Gruppen gebildet. Die erste Gruppe bestand aus den Meßinstituten mit der Ziffer 1 bis 8, die zweite aus denen mit den Ziffern 9 bis 16. Ein Probendurchlauf bestand aus zwei Sendungen, in der nacheinander beide Gruppen der Labore bedient wurden. Welche Gruppe die erste Sendung erhielt, wurde immer zufällig bestimmt. Computergenerierte Zufallszahlen werden verwendet.. Dies gilt für jeden Durchlauf.
  Pro Sendung wurden folglich 16 Filterproben (je zwei an acht Labore) verschickt.
  Die restlichen Proben wurden am Lehrstuhl aufbewahrt. Von seiten des Verteilers wurde darauf geachtet, daß eine Ersatzprobe (4. Filterstück) als unbenutzte Reserve vorerst am Lehrstuhl verblieb.
  Das Probenpaar für ein Labor wurde so zusammengestellt, daß die Probenstücke aus zwei verschiedenen Filtern, zufällig gewählt, stammen und daß es sich um eine RV−A− und eine RV−B−Probe handelte. Dieses Probenpaar erhielt eine Kodierungsnummer, die zufällig bestimmt wurde. Dementsprechend wurde eine Etikettierung der Versandproben mit dieser Kodierungsnummer und dem Zusatz A (für RV−A) oder B (für RV−B) vorgenommen (s.o.).
  Bevor die nächste Sendung startete, wurde die alte Kodierung von den Proben entfernt und eine Neukodierung durchgeführt. Bevor eine Neukodierung stattfand, wurde das Probenstück anhand des Prüfplans eindeutig identifiziert, es wurde die nach Prüfplan zu vergebende Neukodierung angebracht und die alte Kodierung entfernt. Mit Hilfe des Prüfplans und der eindeutigen Etikettierung der Probenstücke konnte somit eine Verwechslung der Proben praktisch ausgeschlossen werden. Die von den Laboren zugeschickten Protokolle und Unterlagen wurden in Ordnern gesammelt und die Meßwerte in einer Datei erfaßt.
  Im dritten und letzten Durchlauf ergab sich die Zusammenstellung der Probenstücke zu einem Paar aus den von dem jeweiligen Labor noch nicht untersuchten Proben. Auch hier wurde immer eine RV−A mit einer RV−B−Probe kombiniert.
- Versand:
  Zusätzlich zu den beiden Probenstücken erhielten die Teilnehmer ein förmliches Anschreiben, Hinweise zum Umgang mit den Filterproben, einer Skizze der Verpackung der Filterproben, evtl. ein Anschreiben über Nachforderungen (fehlende Urprotokolle, Fotos, Spektren, etc.) und das Auswertungsprotokoll−Formblatt.
  In letzteres wurde zusätzlich die Kodierungsnummer des Probenpaares für ein Labor handschriftlich in das zugehörige Feld eingetragen.

- Kontrolle der Filterproben:
  Nach dem Zurücksenden der Proben durch das teilnehmende Labor wurde vom Verteiler überprüft, ob die Filterproben RV−A und RV−B evtl. vertauscht wurden.
  Vor der Verschickung einer neuen Sendung wurden die Proben gesammelt und jede einzelne Filterprobe durch das "Labor für Werkstoffuntersuchungen", (Dr. Dienwiebel) fachkundig mittels eines Stereomikroskops auf Beschädigungen untersucht. Per Videoprint (Übersichtsaufnahme) wurde der Zustand des Filterstücks dokumentiert.
- Einsatz von Reserveproben:
  Während des Ringversuchs stellte sich heraus, daß ein Probenstück schwer zu untersuchen war (Anmerkungen der auswertenden Meßinstitute). Diese Probe wurde desweiteren nicht mehr verschickt. Eine weiteres Probenstück wurde nach mehrfachem Einsatz von einem Labor als nicht mehr auswertbar zurückgeschickt, so daß eine Ersatzprobe (von einem Labor bereits ausgewertet) zugestellt wurde.

<u>Auswertung der Zählergebnisse:</u>
Die Leitung der Datenanalyse übernahm Herr Prof. Dr. Hartung als Fachmann für Statistik:
- Die Durchsicht der vorliegenden Ringversuchdokumente zur Überprüfung der Angaben im Urprotokoll mit den Zählergebnissen und der Dokumente erfolgte am 7./8.Juli1998 beim Verteiler. Über die Durchführung wurde ein Protokoll verfaßt (s. Anlage).
- Die statistische Auswertung der Zählergebnisse startete im Anschluß an die Freigabe der Daten. (s. Projektbeschreibung vom 22.10.97).
  Die im Meßprotokoll erhobenen Daten wurden in einer Datei erfaßt. Zusätzlich wurden in einer zweiten Datei die erhobenen Daten abzüglich der Fasern mit einem Durchmesser kleiner gleich 0,2µm aufgenommen. Beide Dateien wurden von mehreren Mitarbeitern des Lehrstuhls auf Richtigkeit geprüft.
- Statistische Auswertungsverfahren:
  Varianzstabilisierende Transformation
  Deskriptive Verfahren
  Clusteranalyse und Dendrogramme
  Konfidenzintervalle für den Parameter einer Poisson−Verteilung
  Multiple Vergleiche zum Zentrum nach Scheffé
  Multiple Paarvergleiche nach Scheffé

C Protokoll Dr. M. Weber zur Durchsicht der vorliegenden Ringversuchsdokumente vom 7./8.7.1998

Protokoll vom 7./8.7.1998

Durchsicht der vorliegenden Ringversuchdokumente

Mit Beendigung des Rundlaufs der Filterproben im Juni 1998 ist der praktische Teil des gruppeninternen Ringversuch erfolgreich abgeschlossen. Die Filterproben sowie die gesammelten Schriftstücke liegen Prof. Dr. Hartung am Lehrstuhl Statistik mit Anwendung im Bereich der Ingenieurwissenschaften der Universität Dortmund vor.

Bevor die Daten statistisch ausgewertet werden, sind die von den teilnehmenden Meßinstituten eingesendeten Unterlagen auf Vollständigkeit, Stimmigkeit und Verwendbarkeit zu überprüfen.

Diese **Überprüfung** fand am 7./8.Juli 1998 am Lehrstuhl für Statistik der Universitätt Dortmund unter Aufsicht statt.

- Herr Dipl.–Stat. Argac, wissenschaftlicher Mitarbeiter am Lehrstuhl für Statistik, kontrollierte die Stimmigkeit der Angaben von Auswertebögen und den zugehörigen Urprotokollen.
- Frau Dr. Weber, Meßstelle für Faserstäube der Universtät Göttingen, übernahm die Durchsicht der Urprotokolle nebst beiliegender Fotos und Spektren.

Ergebnis:

- **Auswertebögen**:
  Die Auswertebögen aller Teilnehmer sind vollständig und verwertbar.
- **Dokumente**:
  Die angeforderten Unterlagen sind zum überwiegenden Teil vorhanden.
  In wenigen Fällen fehlen vereinzelte Dokumente, sowohl Urprotokolle wie auch Fotos und Spektren (mit und ohne Begründung).
  Urprotokolle:
  Von jedem Meßinstitut lagen mindestens vier Urprotokolle vor, anhand derer die Faseranalyse und Wertung des jeweiligen Meßinstitutes nachvollzogen werden konnte. Die Faserwertung erschien, soweit erfaßbar, vorschriftsmäßig durchgeführt.
  –Bei einem Urprotokoll wurden offensichtliche Abweichungen von der Zählregel festgestellt. In diesem Fall wurde das betreffende Meßinstitut aufgefordert, sich das entsprechende Urprotokoll noch einmal anzuschauen und gegebenenfalls korrigiert wieder vorzulegen. Der Fehler konnte zwischenzeitlich behoben werden.
  –Insgesamt fiel bei der Durchsicht auf, daß Fasern mit einem Durchmesser < 0,2µm uneinheitlich gezählt wurden:
    –einzelne Institute führten sie als 0,1µm–Fasern in der Faserzählung mit, falls sich das geforderte Spektrum nachweisen ließ;
    –ein Institut machte zusätzliche Zahlenangaben, die nicht in die Faserzählung einflossen;
    –von anderen Meßinstituten wird angenommen, daß Fasern mit einem Durchmesser <0,2µm als 0,2µm–Fasern gezählt wurden;

–und letztlich muß davon ausgegangen werden, daß einige Institute diese sehr feinen Fasern aufgrund der R.E.M.–Auflösung bei der angewendeten Zählvergrößerung nicht erfassen und daher auch nicht werten konnten.

Daher wurde von der Fachgruppe beschlossen, eine zusätzliche Auswertung der Meßdaten unter Abzug aller Fasern mit D ≤ 0,2µm, bzw. ≤ 0,24µm vorzunehmen. Die Ergebnisse beider Auswertungen sollen in Relation gesetzt einen Einblick über das Zählvermögen bzw. den Umgang mit diesen sehr feinen Fasern geben, bzw. die Auswirkungen der geltenden Konvention (VDI–Richtlinie) verdeutlichen.

Fotos:

–Pro Meßinstitut wurde wenigstens ein Bilddokument beigelegt.

–Bei vielen Abbildungen fehlen Angaben zur Wertung der darauf abgebildeten Fasern bzw. Faserbündel, bzw. ein Verweis auf das dokumentierte Bildfeld.

Eine Beurteilung der Faserwertung konnte in diesen Fällen nicht vorgenommen werden.

Spektren:

Von den meisten Teilnehmern wurden die verschiedenen, gewerteten Faserklassen exemplarisch anhand von Spektren belegt. Von zwei Meßinstituten fehlt dieser Nachweis.

Präsentation der Dokumente:

–Bei einigen Teilnehmern war die Zusammenstellung der Unterlagen vorbildlich.

In diesen Fällen waren Querverweise von Faserabbildungen und zugehörigen Spektren zu den im Urprotokoll aufgeführten Bildfeldern gegeben.

–Mehrheitlich gaben die vorgelegten Dokumente keinen ausreichenden Aufschluß über die angewandte Zählstrategie, da oft der Bezug fehlte (einzelne, unkommentierte Fotos, Spektren ohne Faserklassifizierung, u.a.).

Es wird davon ausgegangen, daß die Teilnehmer sich in strittigen Fällen an die vereinbarten Zählregeln gehalten haben. Kein Meßinstitut wurde aufgrund fehlender, bzw. unpräziser Dokumentation ausgeschlossen.

- **Angabenvergleich Urprotokoll / Auswertebögen:**

  –mehrheitlich deckungsgleich;

  –bei einigen Auswertungen liegen offensichtlich geringfügige Rechenfehler vor (Abweichung der Faserzahl um 1);

  –bei einer Auswertung liegt wahrscheinlich ein größerer Rechenfehler vor;

  ⇒ Die betroffenen Meßinstitute werden umgehend telefonisch um Korrektur zwecks Abgleichung der Meßergebnisse gebeten.

Fazit:

Die Überprüfung ist hiermit abgeschlossen.

Der Schwerpunkt der Durchsicht lag in der Prüfung der gesammelten Daten auf Verwendbarkeit zur statistischen Auswertung. Da alle Meßergebnisse in die jeweilige Zentrumsberechnung einfließen und somit die Bewertung jedes einzelnen Ergebnisses beeinflussen, ist es für die Qualtität des Ringversuchs wesentlich, Messungen, die nicht nach VDI–Richtlinie vorgenommen wurden, zu erfassen und auszusondern.

Kein Meßinstitut, bzw. keine Messung wurde von der Auswertung ausgeschlossen.

Nach erfolgtem Abgleich einzelner, oben aufgeführter Wertungen durch Herrn Argac, können die Daten verwendet werden, und die statistische Auswertung der Meßdaten auf der Basis des von Prof. Dr. Hartung erstellten Verfahrens kann starten.

Einzelne sich bei der Durchsicht ergebende Fragen und Anmerkungen der Teilnehmer können als Diskussionspunkte in späteren Gesprächen im Teilnehmerkreis dienen.

D Projektbeschreibung vom 22.10.1997

Projektbeschreibung 22.10.97

Zielsetzung:

Im Mittelpunkt des Ringversuchs zur Vergleichspräzision steht ein Erfahrungsaustausch der teilnehmenden Meßinstitute hinsichtlich der **R.E.M.–Faseranalytik nach der VDI 3492, Blatt 2, Juni 1994**, der eine verbesserte Einschätzung der eigenen Auswertung ermöglichen soll und aus dem eine Zunahme der allgemeinen Meßqualität resultieren soll.

Zeitplan:

- Probenrundlauf: November / Dezember 1997, evtl. bis Januar 1998
- Statistische Auswertung: Winter 1997/98

Organisation und Planung:

Veranstalter:
Der laborinterne Ringversuch entstand in Eigeninitiative einer Interessengemeinschaft für Faserstaubmessungen. Die Organisation und Planung wurde mit allen Interessenten teilnehmender Meßinstitute vorbereitet. Alle Ringversuchsteilnehmer tragen folglich eigenverantwortlich zum Gelingen dieses Projektes bei. Zur Umsetzung der erarbeiteten Grundlagen wurde eine Fachgruppe gebildet. Sie ist auch für die organisatorische und finanzielle Abwicklung des Projekts zuständig.

Fachgruppe/ Organisatoren:

- Herr Prof. Dr. Hartung, Lehrstuhl Statistik mit Anwendungen im Bereich der Ingenieurwissenschaften, Universität Dortmund;
- Herr Dr. Schwellnus, Fa. WARTIG Chemieberatung GmbH; Hamburg;
- Frau Dr. Weber, Meßstelle für Faserstäube, Abteilung Arbeits– und Sozialmedizin, Georg–August–Universität Göttingen

Beirat:
Der aus Sachverständigen gebildete Beirat wird gebeten, das Projekt mit jeweiliger Expertise zu begleiten. Durch Vorlage des Projektplans bitten wir:

- *Herrn Köpcke*, Bauordnungsamt Hamburg, sich von der sachgemäßen Durchführung des Ringversuchs zu überzeugen;
- *Herrn Prof. Dr. Blaschke*, Mineraloge und R.E.M.–Experte, sich der gerätetechnischen und analytischen Aspekte anzunehmen.
- *Herr Prof. Dr. Hartung*, Lehrstuhl Statistik mit Anwendungen im Bereich der Ingenieurwissenschaften, Universität Dortmund,
  überprüft die Planung des Ringversuchs und ist verantwortlich für die statistische Auswertung.

Ablauf:

Festlegung der Durchführung des Ringversuchs mit einheitlichem Merkmalniveau

- Def.: Unter Merkmalniveau wird der Mittelwert der Ermittlungsergebnisse aller Labors für eine bestimmte Filterprobe verstanden.
- Folgende Einschränkung wurde festgelegt:
  Die Faserzahlen der eingesetzten Merkmalniveaus sollen einen Bereich von mehr als 3 und (möglichst) weniger als 100 Fasern pro $1mm^2$ Filterfläche abdecken.
- Aus **6 Filtersätzen**, die verschiedene Merkmalniveaus repräsentieren, werden 6 Filterproben an die teilnehmenden Meßinstitute (*Mindestteilnehmerzahl: 8; Maximalteilnehmerzahl: 24*) gesandt, die alle jeden Filtersatz grundsätzlich **einmal** messen.

Filtersätze:

- Herkunft:
  –Fa. WARTIG Chemieberatung GmbH:
  Einzelne Filtersätze *(Durchmesser: 37 mm)* werden bei der Abluftprüfung von Unterdruckgeräten gewonnen (Routineverfahren).
  –Meßstelle für Faserstäube der Universität Göttingen:
  Einzelne Filtersätze *(Durchmesser: 37mm)* werden während der laufenden Asbestsanierungsarbeiten in verschiedenen Schwarzbereichen des Großklinikums Göttingen gewonnen.
- Präparation:
  Alle Filtersätze werden mikroskopisch auf Eignungstauglichkeit geprüft.
  Die Ringversuch–Stiftprobenteller (*aus Aluminium; Durchmesser: 12,5mm*) erhalten vor ihrem Einsatz alle eine einheitliche, nicht reproduzierbare Markierung, um sie gegen Vertausch zu schützen (*Ingenieurbüro Fechter, Verantwortlicher: Dr. Masuch; Beschriftung: **RV–A** oder **RV–B***).
  Aus jedem Filtersatz werden vier gleiche Filterproben präpariert und gleichermaßen auf vier identische Stiftprobenteller mit Kohleleit–Tabs geklebt (*2x RV–A und 2x RV–B*).
  Jeder beschickte Stiftprobenteller wird in einer speziellen "Einzelverpackung für Stiftprobenteller" (*Fa. Plano*) aufbewahrt. Die so vorbereiteten vier Filterproben eines Filtersatzes werden dem Lehrstuhl Statistik mit Anwendungen, Universität Dortmund kenntlich übermittelt.

Verteiler der Filterproben:

- Herr Prof. Dr. Hartung
  Lehrstuhl Statistik mit Anwendungen im Bereich der Ingenieurwissenschaften,
  Fachbereich Statistik, Universität Dortmund,
  Vogelpothsweg 87, Postfach 50 05 00,
  4600 Dortmund 50,
  Tel.: 0231/ 755–3163, Fax: 0231/ 755–5304
- Anonymisierung:
  Die Filtersätze werden von Mitarbeitern des Lehrstuhls Statistik nach dem Zufallsprinzip selektiert und die für den Rundlauf vorgesehenen Proben anonymisiert. *(Dabei werden alle 4 Proben eingesetzt. Falls eine ausfällt, wird der Probenrundlauf so abgeändert, daß diese durch eine der drei restlichen Proben ersetzt wird. ⇒ Beschleunigung des Probenrundlaufs)*

- Die Probenversendung erfolgt per Post in druckfesten Aluminiumrohren, in denen **jeweils zwei** der einzeln verpackten **Stiftproben** durch Wattepolsterung rutschfest gelagert sind. Jedes Meßinstitut erhält verwechslungssicher jeweils eine RV–A– und eine RV–B–Probe.
- Die umlaufenden Filterproben werden nach erfolgter Analyse durch die teilnehmenden Institute wieder neu durch den Verteiler weitergeleitet.

Rundlauf der Filterproben:

- Jedes teilnehmende Meßinstitut **erhält durch den Verteiler 3 x je 2 Filterproben** von unterschiedlichen Filtersätzen.
- Nach Zusendung der zwei Filterproben ist für deren Auswertung **maximal** eine Woche vorgesehen.
- Das jeweilige Urprotokoll, bzw. eine gut lesbare Kopie, das Auswertungs–Protokoll (Zählergebnisse) mit Faserspektren und R.E.M.–Fotodokumenten werden gesammelt und nach Beendigung des Probenrundlaufs an den Verteiler geschickt, die Zählergebnisse zusätzlich in angegebener Form auf einer Diskette unter einer Excel 5.0.–Datei.
  Um einen reibungslosen Ablauf auch der Auswertung zu gewährleisten, bitten wir Sie, alle Angaben in Ihren Unterlagen zu vervollständigen.
  Natürlich können Daten im Einzelfall nachtragend ergänzt werden. Bei offensichtlich abweichend durchgeführten Analysen und bleibenden Unklarheiten wird das betreffende Labor jedoch ohne Kostenrückerstattung disqualifiziert.
- Die ausgewerteten Filterproben werden **umgehend** in gleicher Verpackung wieder **an den Verteiler zurückgeschickt**. Sollte es zu Verzögerungen kommen, wird um telefonische Mitteilung gebeten, damit wenn nötig, alternative Regelungen getroffen werden können.

Beschädigung der Filterproben:

- Jede Probe wird vor jeder erneuten Verschickung durch Dr. Dienwiebel, "Labor für Werkstoffuntersuchungen", fachkundig mittels eines Stereomikroskops auf Beschädigungen hin untersucht. Außerdem wird per Videoprint der Zustand der Probe dokumentiert.
  (geplant ist, alle Proben wöchentlich zu sammeln, sie dann in einem Vorgang vor Ort, am Lehrstuhl für Statistik, zu kontrollieren, bevor sie weiter verschickt werden.)
- Kommt es während des Probenrundlaufs in einem Labor zu einer Beschädigung der Filterprobe, so ist das dem Verteiler sofort zu melden! Die Probe ist unverzüglich zurückzuschicken! Das Labor erhält eine Ersatzprobe.
  Es ist wohl in unser aller Interesse, die Anzahl der Probenumläufe zu begrenzen. Die einzelnen Filterproben sind mit der nötigen Sorgfalt zu behandeln, um die Qualität des Ringversuchs nicht zu gefährden!
- Kommt es während des Probenrundlaufs in einem Meßinstitut wiederholt zur Beschädigung von Filterproben oder offenkundigen anderweitigen Störungen des vereinbarten Versuchsablaufs, so behält sich die Fachgruppe vor, das betreffende Meßinstitut von der Teilnahme am Ringversuch auszuschließen. In diesem Fall wird der Unkostenbeitrag nicht zurückerstattet. Bei Ausschluß wird die Erhebung an Schadensersatzansprüchen durch die Fachgruppe vorbehalten. Der Beirat kann über eine Strafgebühr von bis zu 2.000DM entscheiden.

R.E.M.–Analyse der Filterproben:

- Meßvorschrift: **VDI–Richtlinie 3492, Blatt 2, Juni 1994** nebst Einhaltung der zusätzlichen Faserauswertekriterien (s. VDI–Erläuterungen).
- In jedem Labor müssen **alle** Messungen von **einem einzigen** (repräsentativen) **Bearbeiter** durchgeführt werden, der von dem Laborverantwortlichen ausreichend über den Umfang der Daten eingewiesen wurde.
- Es wird 1mm^2 pro Filterprobe ausgezählt!
  Werden vorher 100 Fasern (ohne Calciumsulfatfasern) gewertet, so wird die Zählung unter Angabe des letzten Bildfeldes abgebrochen. Die Faserzahl muß in diesem Fall auf 1 mm^2 hochgerechnet werden.
- Da das R.E.M.–Bildfeld in Abhängigkeit vom Betrachtermonitor oder –bildschirm geräteabhängig variiert, kann die Zählvergrößerung in den Grenzen von 2.000 bis 2.500 (Fotoschirm oder Bildfeld) frei gewählt werden.
  Als **wichtigstes Konvention** zur Faserzählung wird festgelegt, daß eine **Faser mit einem Durchmesser von 0,2µm bei der Zählvergrößerung noch erkennbar und analysierbar sein muß**!
  Die Einhaltung dieser Voraussetzung ist von jedem Labor vor der Auszählung der Ringversuchproben zu überprüfen!
  Zur Berechnung der Gesamtzahl der auszuzählenden Bildfelder für insgesamt 1mm^2 Filterfläche muß die Bildfeldfläche bei der Zählvergrößerung ermittelt werden.
  Angaben zu den Vergrößerungen und Berechnungen sind auf dem Beiblatt "Auswertungs–Protokoll" zu protokollieren.

Auswertung der Zählergebnisse:

- Die Leitung der Datenanalyse übernimmt Herr Prof. Dr. Hartung als Fachmann für Statistik:
  –Überprüfung der Angaben im Urprotokoll mit den Zählergebnissen und den Dokumenten.
  –Statistische Auswertung der Zählergebnisse anhand eines der Meßaufgabe entsprechenden statistischen Modells auf der Grundlage der DIN ISO 5725.
  Kurzbeschreibung des Verfahrens (lt. Prof. Dr. Hartung):
  Nach einer varianzstabilisierenden Transformation [1] werden für die Labors simultane Konfidenzintervalle berechnet und mittels Linearer Kontraste bezogen auf das Zentrum simultane Vergleiche durchgeführt [2], sowohl für die einzelnen Faserarten als auch gesamt; eine Reihung der Labors erfolgt nach dem jeweiligen Abstand zum Zentrum.
  Literaturangabe:
  [1]HARTUNG, J. (1995):
  Statistik: Lehr– und Handbuch der angewandten Statistik,
  Kap. V: Aspekte der Datengewinnung. Oldenbourg, München, 10. Auflage, S. 1001;
  [2]HARTUNG, J., ELPERT, B. (1995):
  Multivariable Statistik: Lehr– und Handbuch der angewandten Statistik,
  Kap. II: Die Regressionsanalyse. Oldenbourg, München, 5. Auflage, S. 829;
- Information der Teilnehmer über das Ergebnis des Ringversuchs:
  Das Ergebnis des Ringversuchs wird zuerst in anonymisierter Form dem Beirat vorgelegt, der sich von der ordnungsgemäßen Durchführung und Auswertung überzeugen kann, bevor die Einzelergebnisse durch Prof. Dr. Hartung an die Teilnehmer weitergeleitet werden.

<u>Nachbesprechung im Kreis der Versuchsteilnehmer</u>

- Erfahrungsaustausch:
  −bezügl. der R.E.M.−Faseranalyse
  −−Probleme, Erkenntnisse der einzelnen Meßinstitute;
  −−Meßinstituten, bei denen signifikante Präzisionsabweichungen ins Gewicht fallen,
  wird nach Erörterung der Ursachen, die Möglichkeit gegeben,
  Wiederholungsmessungen an den entsprechenden Ringversuchproben durchzuführen.
  −−sich abzeichnende Konsequenzen im Umgang mit der Meßvorschrift;
  −allgemein, im Umgang mit der Meßaufgabe: "Messung von Faserstäuben"
- Absprache des weiteren Vorgehens
  −Veröffentlichung der anonymisierten Ringversuch−Ergebnisse
  −Wiederholung eines gruppeninternen Ringversuchs
- Diskussion zur Faserwertung nach der VDI−Richtlinie, bzw. den diesbezüglichen Ausführungen der Arbeitsgruppe "Messen anorganischer faserförmiger Partikel" der KRdL im VDI vom 8.10.97.

E Auswertungs–Formular

Auswertungs–Protokoll

Gruppeninterner Asbest–Ringversuch

Meßinstitut:

Anschrift**:** ____________________ Telefon: ____________

____________________ Fax: ____________

____

____

Laborverantwortliche(r): ____________________

Bearbeiter(in): ____________________

R.E.M.–Analyse:

R.E.M.–Gerät (Fa./ Typ): ____________________

Einstellungen der Betriebsparameter bei folgender:

Zählvergrößerung: ____________ **Analysenvergr**.: ____________

–Beschleunigungsspanng: ____________ ____________

–Arbeitsabstand: ____________ ____________

–Auflösung (Resolution): ____________ ____________

–Blende: ____________ ____________

Vergrößerungen, bezogen auf:

[ ] R.E.M.–Fotoschirm [ ] R.E.M.–Monitor (Bildschirm)

Bildfeldfläche bei der angewendeten Zählvergrößerung: ____________ mm^2

Anzahl der ausgezählten Bildfelder: ____________________

EDX–Gerät (Fa./ Detektor/ Fenster): ____________________

Detektor–Probenabstand: ____________________

Raumwinkel: ____________________

Codierungsnummer:	**Ergebnisse**	
	Faserzahlen / 1mm^2 Filterprobe	
Bezeichnung der Filterprobe	**RV – A**	**RV – B**
Fasern, für die gilt: $5\mu m \leq L \leq 100\mu m; D < 3\mu m; L : D \geq 3 : 1$		
Asbestfasern (Gesamtzahl)		
–Amphibol–Asbestfasern		
–Chrysotil–Asbestfasern		
–sonstige anorg. Fasern		
zusätzliche Angaben:		
–Gipsfasern		
Asbestfasern, für die gilt: *$L < 5\mu m$*		
Asbestfasern, für die gilt: *$L > 100\mu m$*		
***Anzahl der Faserbündel** (plus Σ derer Einzelfasern)		
Anlagen: *(Bitte auf eindeutige Beschriftung der einzelnen Dokumente achten!)*		
–Foto–/Repros: *(typischer sowie untypischer Fasern*		
****–Spektren:** *(fasertypische sowie Grenzfälle)*		

* *Angabe der insgesamt gefundenen Faserbündel, unabhängig, ob sie als jeweils 1 Faser gewertet oder ob mehrere Einzelfasern gezählt wurden;*
plus Angabe in Klammern: Summe d. Fasern aus allen gewerteten Faserbündel einer Probe.
<u>Beispiel</u>: insges. 3 Faserbündel wurden (lt. Vorschrift) als 1 + 12 + 3 Fasern = 16 Fasern gewertet;

⇒Angabe: 3 (16)

** *für jede Asbestfaserart ein typisches Spektrum sowie Spektren zur Dokumentation von Grenzfällen, d.h. schwer zuzuordnenden Mineralfasern*

Unterschriften: **Datum:**

Laborverantwortliche(r)
Bearbeiter(in)