

## Material nano — Kuantifikasi pelepasan objek nano dari serbuk dengan pembentukan aerosol

### *Nanomaterials — Quantification of nano-object release from powders by generation of aerosols*

(ISO/TS 12025:2021, IDT)

Pengguna dari RSNI ini diminta untuk menginformasikan adanya hak paten dalam dokumen ini, bila diketahui, serta memberikan informasi pendukung lainnya (pemilik paten, bagian yang terkena paten, alamat pemberi paten dan lain-lain)



## Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata.....	ii
Pendahuluan.....	iii
1 Ruang lingkup.....	2
2 Acuan normatif .....	2
3 Istilah dan definisi .....	2
4 Lambang.....	12
5 Faktor-faktor yang memengaruhi hasil pelepasan objek nano dari serbuk .....	12
5.1 Pemilihan metode uji pembentukan.....	12
5.2 Sifat-sifat material yang memengaruhi pelepasan objek nano dari serbuk .....	14
5.3 Tahapan uji.....	16
6 Persyaratan uji.....	18
6.1 Umum .....	18
6.2 Kajian keselamatan .....	18
6.3 Preparasi sampel .....	20
6.4 Perlakuan sampel.....	20
6.5 Pengukuran objek nano teraerosolisasi.....	24
7 Persyaratan untuk pengaturan dan protokol pengujian.....	36
8 Laporan pengujian.....	38
Lampiran A (informatif) Pertimbangan untuk pemilihan prosedur perlakuan sampel .....	42
Lampiran B (informatif) Metode uji acuan keberdebuhan.....	46
Lampiran C (informatif) Metode dinamis .....	52
Lampiran D (informatif) Metode dispersi .....	60
Lampiran E (informatif) Pemilihan metode pengukuran objek nano .....	64
Lampiran F (informatif) Intensitas dispersi kering pada perangkat pengukuran .....	70
Bibliografi .....	72

## Prakata

SNI ISO/TS 12025:2021, *Material nano — Kuantifikasi pelepasan objek nano dari serbuk dengan pembentukan aerosol*, merupakan standar revisi dari SNI ISO/TS 12025:2012, *Material nano – Kuantifikasi pelepasan objek nano dari serbuk yang dihasilkan dari aerosol*. Standar ini disusun dengan jalur adopsi tingkat keselarasan identik dari ISO/TS 12025:2021, *Nanomaterials — Quantification of nano-object release from powders by generation of aerosols*, dengan metode adopsi terjemahan dua bahasa dan ditetapkan oleh BSN tahun 202X.

Standar ini menggantikan SNI ISO/TS 12025:2012, *Material nano – Kuantifikasi pelepasan objek nano dari serbuk yang dihasilkan dari aerosol* yang disusun dengan metode adopsi terjemahan dua bahasa yang ditetapkan oleh BSN tahun 2019.

Dalam Standar ini, terdapat standar yang dijadikan sebagai acuan normatif dan telah diadopsi menjadi SNI, yaitu ISO/TS 80004-2:2015, *Nanotechnologies — Vocabulary — Part 3: Carbon nano-objects* yang telah diadopsi dengan tingkat keselarasan identik dua bahasa menjadi SNI ISO/TS 80004-2:2015 *Nanoteknologi - Kosakata - Bagian 2: Objek nano*.

Sebagai informasi ISO/TS 80004-1:2015 dan ISO/TS 80004-2:2015 telah diabolisi dan digantikan oleh ISO 80004-1:2023, yang juga diadopsi dengan tingkat keselarasan identik dua bahasa menjadi SNI ISO 80004-1:2023, *Nanoteknologi — Kosakata — Bagian 1: Kosakata utama*.

Dalam Standar ini istilah “*this document*” pada standar ISO/TS 12025:2021 yang diadopsi diganti dengan “*this Standard*” dan diterjemahkan menjadi “Standar ini”.

Penggunaan singkatan nama organisasi dan/atau istilah asing dalam Standar ini tetap dituliskan sesuai istilah dalam bahasa Inggrisnya untuk kemudahan penerapan.

Standar ini disusun oleh Komite Teknis 07-03, Nanoteknologi. Standar ini telah dibahas melalui rapat teknis dan disepakati dalam rapat konsensus pada tanggal 24 September 2024 di Depok, yang dihadiri oleh para pemangku kepentingan (*stakeholder*) terkait, yaitu perwakilan dari pemerintah, pelaku usaha, konsumen, dan pakar. Standar ini telah melalui tahap jajak pendapat pada tanggal XX XXXX 2024 sampai dengan XX XXXX 2024, dengan hasil akhir disetujui menjadi SNI.

Apabila pengguna menemukan keraguan dalam Standar ini, maka disarankan untuk melihat standar aslinya yaitu ISO/TS 12025:2021, dan/atau dokumen terkait lain yang menyertainya. Bagi pengguna Standar ini disarankan memperhatikan referensi/acuan termutakhir pada acuan normatif untuk ketertelusuran informasi terbaru.

Perlu diperhatikan bahwa kemungkinan beberapa unsur dari Standar ini dapat berupa hak kekayaan intelektual (HAKI). Namun selama proses perumusan SNI, Badan Standardisasi Nasional telah memperhatikan penyelesaian terhadap kemungkinan adanya HAKI terkait substansi SNI. Apabila setelah penetapan SNI masih terdapat permasalahan terkait HAKI, Badan Standardisasi Nasional tidak bertanggung jawab mengenai bukti, validitas, dan ruang lingkup dari HAKI tersebut.

## Pendahuluan

Serbuk berasal dari kegiatan industri ketika terkena energi eksternal atau tekanan dari penanganan dan aliran udara akan melepaskan partikel-partikel yang terperangkap di udara sekitarnya untuk membentuk aerosol. Aerosol dalam skala nano lebih dinamis dibandingkan partikel berukuran mikrometer karena sensitivitasnya lebih besar terhadap efek fisik seperti difusi Brown. Porositas dan kohesi serbuk bisa jauh lebih tinggi dibandingkan material yang mengandung partikel lebih besar dengan ketahanan aliran yang lebih besar dan luas permukaan spesifik volume yang lebih rendah. Objek nano dalam material serbuk berstruktur nano dapat mendominasi sifat relevan dari material bongkahan melalui interaksi partikel-partikel yang membentuk kelompok seperti aglomerat.

Karakterisasi pelepasan aerosol terdiri dari tiga tahapan utama: pembentukan, transportasi dan pengukuran. Secara umum, untuk mengurangi kerugian selama transportasi dan aglomerasi aerosol, jarak antara pembentukan dan pengukuran harus diminimalkan. Meskipun terdapat banyak pendekatan yang berbeda<sup>[35]</sup>, pembentukan aerosol biasanya dimodelkan secara fisik berdasarkan skenario representatif yang berbeda (misalnya untuk mensimulasikan proses penanganan serbuk secara manual atau menggunakan mesin atau kasus terburuk dispersi energi tinggi).

Standar ini hanya berlaku untuk mengukur pelepasan objek nano dari serbuk. Hal ini memungkinkan perbandingan pelepasan objek nano dari serbuk yang berbeda menggunakan sistem pembentukan dan pengukuran yang sama. Pilihan metode pengukuran harus mempertimbangkan karakteristik objek nano (misalnya ketergantungan terkait waktu) dari sistem pembentukan dan potensi kerugian serta aglomerasi selama transportasi dan masuk ke dalam instrumentasi pengukuran. Oleh karena itu, Standar ini memberikan ringkasan metode pembentukan dan pengukuran yang tersedia saat ini untuk membantu ilmuwan dan insinyur material dalam membandingkan pelepasan objek nano dari serbuk yang berbeda.

Kuantifikasi pelepasan objek nano dari serbuk yang dijelaskan dalam Standar ini tidak dapat digunakan sebagai pengganti pengujian keberdebuhan atau penilaian risiko terkait kesehatan.

## Introduction

Industrial powders when subjected to external energy or stress from handling and air flow will release particles entrained in the surrounding air to form aerosols. Aerosols in the nanoscale are more dynamic than micrometre sized particles because of greater sensitivity to physical effects such as Brownian diffusion. Porosity and cohesion of the powder can be much higher than for materials containing larger particles with more resistance to flow and lower volume-specific surface area. Nano-objects in powdered nanostructured materials can dominate relevant properties of the bulk material by particle-particle interactions that form clusters such as agglomerates.

Aerosol release characterization consists of three main stages: generation, transport and measurement. In general, to reduce transport losses and aerosol agglomeration, the distance between generation and measurement should be minimized. Although there are potentially many different approaches<sup>[35]</sup>, the generation of an aerosol is usually physically modelled on different representative scenarios (e.g. to simulate typical manual or machine powder handling processes or worst-case highly energetic dispersion).

This Standard is only applicable for measuring the release of nano-objects from powders. This allows comparisons of the nano-object release from different powders using the same generation and measurement system. The choice of the measurement method must take into account the characteristics (e.g. time-related dependence) of the generation system and the potential for losses and agglomeration during the transport and entry into the measuring instrumentation. Therefore, this Standard provides a summary of the generation and measurement methods currently available to assist material scientists and engineers in comparing the nano-object release from different powders.

The quantification of the release of nano-objects from powders described in this Standard cannot be used as a substitute for dustiness testing or for a health-related risk assessment.

**Halaman ini sengaja dikosongkan untuk memastikan bahwa penyajian SNI dengan metode dua bahasa dapat menampilkan bahasa Indonesia pada halaman genap dan bahasa Inggris pada halaman ganjil.**

## Material nano — Kuantifikasi pelepasan objek nano dari serbuk dengan pembentukan aerosol

**PERINGATAN** — Pelaksanaan ketentuan-ketentuan dalam Standar ini sebaiknya dipercayakan hanya kepada orang-orang yang berkualifikasi dan berpengalaman, Standar ini dibuat ditujukan untuk mereka.

### 1 Ruang lingkup

Standar ini menjelaskan metode kuantifikasi pelepasan objek nano dari serbuk sebagai hasil perlakuan, mulai dari penanganan hingga dispersi energi tinggi, dengan mengukur aerosol yang dibebaskan setelah prosedur aerosolisasi yang ditentukan. Konsentrasi jumlah partikel dan distribusi ukuran aerosol diukur dan konsentrasi massa diperoleh. Standar ini memberikan informasi tentang faktor-faktor yang perlu dipertimbangkan ketika memilih metode yang tersedia untuk pengambilan sampel serbuk dan prosedur perlakuan serta menetapkan persyaratan minimum untuk persiapan sampel uji, pengembangan protokol pengujian, pengukuran pelepasan partikel, dan data pelaporan. Untuk mengkarakterisasi rentang-penuh ukuran partikel yang dihasilkan, pengukuran objek nano serta aglomerat dan agregat dibahas dalam Standar ini.

Standar ini tidak mencakup karakterisasi ukuran partikel dalam serbuk. Metode tribologi tidak termasuk jika gesekan mekanis langsung diterapkan untuk menggiling atau mengikis material.

### 2 Acuan normatif

Dokumen acuan berikut sangat diperlukan untuk penerapan Standar ini. Untuk acuan bertanggal, hanya edisi yang disebutkan yang berlaku. Untuk acuan tidak bertanggal, berlaku edisi terakhir dari dokumen acuan tersebut (termasuk seluruh perubahan/amendemennya).

ISO/TS 80004-1:2015, *Nanotechnologies — Vocabulary — Part 1: Core terms*

ISO/TS 80004-2:2015, *Nanotechnologies — Vocabulary — Part 2: Nano-objects*

### 3 Istilah dan definisi

Untuk tujuan Standar ini, istilah dan definisi yang ada dalam ISO/TS 80004-1:2015, ISO/TS 80004-2:2015 serta istilah dan definisi berikut ini berlaku.

ISO dan IEC memelihara basis data terminologi untuk digunakan dalam standardisasi pada alamat berikut:

- Platform penjelajahan daring ISO: tersedia di <http://www.iso.org/obp>
- IEC Elektropedia: tersedia di <http://www.electropedia.org/>



## Nanomaterials — Quantification of nano-object release from powders by generation of aerosols

**WARNING** — The execution of the provisions of this Standard should be entrusted only to appropriately qualified and experienced people, for whose use it has been produced.

### 1 Scope

This Standard describes methods for the quantification of nano-object release from powders as a result of treatment, ranging from handling to high energy dispersion, by measuring aerosols liberated after a defined aerosolization procedure. Particle number concentration and size distribution of the aerosol are measured and the mass concentration is derived. This Standard provides information on factors to be considered when selecting among the available methods for powder sampling and treatment procedures and specifies minimum requirements for test sample preparation, test protocol development, measuring particle release, and reporting data. In order to characterize the full-size range of particles generated, the measurement of nano-objects as well as agglomerates and aggregates is addressed in this Standard.

This Standard does not include the characterization of particle sizes within the powder. Tribological methods are excluded where direct mechanical friction is applied to grind or abrade the material.

### 2 Normative references

The following referenced documents are indispensable for the application of this document. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

ISO/TS 80004-1:2015, *Nanotechnologies — Vocabulary — Part 1: Core terms*

ISO/TS 80004-2:2015, *Nanotechnologies — Vocabulary — Part 2: Nano-objects*

### 3 Terms and definitions

For the purposes of this Standard, the terms and definitions given in ISO/TS 80004-1:2015, ISO/TS 80004-2:2015 and the following apply.

ISO and IEC maintain terminological databases for use in standardization at the following addresses:

- ISO Online browsing platform: available at <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: available at <http://www.electropedia.org/>

### 3.1 Istilah umum

#### 3.1.1

##### **pelepasan dari serbuk**

perpindahan material dari serbuk ke cairan atau gas sebagai akibat dari suatu gangguan

#### 3.1.2

##### **jumlah objek nano yang dilepaskan**

$n$

jumlah total objek nano (3.2.9), yang dilepaskan dari sampel sebagai akibat dari suatu gangguan

#### 3.1.3

##### **laju pelepasan objek nano**

$n_t$

jumlah total objek nano (3.2.9), yang dilepaskan per sekon sebagai akibat dari suatu gangguan

#### 3.1.4

##### **jumlah objek nano spesifik massa yang dilepaskan**

$n_m$

jumlah objek nano yang dilepaskan (3.1.2), dibagi dengan massa sampel sebelum terjadinya suatu gangguan

#### 3.1.5

##### **jumlah objek nano spesifik massa hilang yang dilepaskan**

$n_{\Delta m}$

jumlah objek nano yang dilepaskan (3.1.2), dibagi dengan perbedaan massa sampel sebelum dan sesudah terjadinya gangguan

#### 3.1.6

##### **konsentrasi jumlah aerosol objek nano**

$c_n$

jumlah objek nano (3.2.9) per satuan volume aerosol di zona perlakuan sampel

#### 3.1.7

##### **laju alir volume aerosol**

$V_t$

laju alir volume melalui zona perlakuan sampel

### 3.2 Istilah yang berkaitan dengan sifat dan pengukuran partikel

#### 3.2.1

##### **aerosol**

sistem partikel padat atau cair yang tersuspensi dalam gas

[SUMBER: ISO 15900:2009, 2.1]

### 3.1 General terms

#### 3.1.1

##### **release from powder**

transfer of material from a powder to a liquid or gas as a consequence of a disturbance

#### 3.1.2

##### **nano-object number release**

$n$

*total number of nano-objects* (3.2.9), released from a sample as a consequence of a disturbance

#### 3.1.3

##### **nano-object release rate**

$n_t$

*total number of nano-objects* (3.2.9), released per second as a consequence of a disturbance

#### 3.1.4

##### **mass specific nano-object number release**

$n_m$

*nano-object number release* (3.1.2), divided by the mass of the sample before a disturbance

#### 3.1.5

##### **mass loss specific nano-object number release**

$n_{\Delta m}$

*nano-object number release* (3.1.2), divided by the mass difference of the sample before and after a disturbance

#### 3.1.6

##### **nano-object aerosol number concentration**

$c_n$

number of *nano-objects* (3.2.9) per aerosol volume unit in the sample treatment zone

#### 3.1.7

##### **aerosol volume flow rate**

$V_t$

volume flow rate through the sample treatment zone

### 3.2 Terms related to particle properties and measurement

#### 3.2.1

##### **aerosol**

system of solid or liquid particles suspended in gas

[SOURCE: ISO 15900:2009, 2.1]

### 3.2.2

#### **diameter bulatan ekuivalen**

diameter bulatan yang mempunyai sifat fisik yang sama dengan partikel yang diukur

Catatan 1 untuk entri: Sifat fisik, misalnya, kesamaan kecepatan pengendapan atau perpindahan volume larutan elektrolit atau area proyeksi di bawah mikroskop.

Catatan 2 untuk entri: Sifat fisik yang mengacu pada diameter ekuivalen harus ditunjukkan dengan menggunakan subskrip yang sesuai, misalnya  $x_s$  untuk luas permukaan diameter ekuivalen atau  $x_v$  untuk diameter volume ekuivalen.

[SUMBER: ISO/TS 80004 2:2015, A.2.3]

### 3.2.3

#### **distribusi ukuran partikel**

##### **PSD**

distribusi kumulatif atau kerapatan distribusi sejumlah ukuran partikel, diwakili oleh *diameter bulatan ekuivalen* (3.2.2) atau dimensi linier lainnya

Catatan 1 untuk entri: Ukuran kuantitas dan jenis distribusi ditentukan di ISO 9276-1:1998<sup>[3]</sup>.

### 3.2.4

##### **PM<sub>2,5</sub>**

#### **partikel yang lebih kecil dari 2,5 µm**

konsentrasi massa partikel halus yang memiliki diameter aerodinamis kurang dari atau sama dengan nominal 2,5 mikrometer

Catatan 1 untuk entri: Lihat Lampiran J pada Referensi [47].

### 3.2.5

##### **PM<sub>10</sub>**

#### **partikel yang lebih kecil dari 10 µm**

konsentrasi massa partikel halus yang memiliki diameter aerodinamis kurang dari atau sama dengan nominal 10 mikrometer

Catatan 1 untuk entri: Lihat Lampiran J pada Referensi [47].

Catatan 2 untuk entri: PM<sub>10</sub> digunakan untuk fraksi toraks seperti yang dijelaskan di EN 481:1993<sup>[15]</sup>.

### 3.2.6

#### **pencacah partikel terkondensasi**

##### **CPC**

instrumen yang mengukur konsentrasi jumlah partikel *aerosol* (3.2.1) menggunakan efek kondensasi untuk meningkatkan ukuran partikel teraerosolisasi

Catatan 1 untuk entri: Ukuran partikel yang terdeteksi biasanya lebih kecil dari beberapa ratus nanometer dan lebih besar dari beberapa nanometer.

Catatan 2 untuk entri: CPC adalah salah satu detektor yang mungkin digunakan dengan *pengklasifikasi mobilitas listrik diferensial* (3.2.7).

Catatan 3 untuk entri: Dalam beberapa kasus, CPC dapat disebut sebagai “pencacah inti terkondensasi (CNC)”.

[SUMBER: ISO 15900:2020, 3.8, diubah — “*using a condensation effect to increase the size of the aerosolized particles*” has been added to the definition.]

**3.2.2****equivalent spherical diameter**

diameter of a sphere having the same physical properties as the particle in the measurement

Note 1 to entry: Physical properties are, for instance, the same settling velocity or electrolyte solution displacing volume or projection area under a microscope.

Note 2 to entry: The physical property to which the equivalent diameter refers shall be indicated using a suitable subscript, e.g.  $x_s$  for equivalent surface area diameter or  $x_v$  for equivalent volume diameter.

[SOURCE: ISO/TS 80004 2:2015, A.2.3]

**3.2.3****particle size distribution****PSD**

cumulative distribution or distribution density of a quantity of particle sizes, represented by *equivalent spherical diameters* (3.2.2) or other linear dimensions

Note 1 to entry: Quantity measures and types of distributions are defined in ISO 9276-1:1998<sup>[3]</sup>.

**3.2.4****PM<sub>2,5</sub>****particulate matter smaller than 2,5 µm**

mass concentration of fine particulate matter having an aerodynamic diameter less than or equal to a nominal 2,5 micrometres

Note 1 to entry: See Appendix J in Reference [47].

**3.2.5****PM<sub>10</sub>****particulate matter smaller than 10 µm**

mass concentration of fine particulate matter having an aerodynamic diameter less than or equal to a nominal 10 micrometres

Note 1 to entry: See Appendix J in Reference [47].

Note 2 to entry: PM<sub>10</sub> is used for the thoracic fraction as explained in EN 481:1993<sup>[15]</sup>.

**3.2.6****condensation particle counter****CPC**

instrument that measures the particle number concentration of an *aerosol* (3.2.1) using a condensation effect to increase the size of the aerosolized particles

Note 1 to entry: The sizes of particles detected are usually smaller than several hundred nanometres and larger than a few nanometres.

Note 2 to entry: A CPC is one possible detector for use with a *differential electrical mobility classifier* (3.2.7).

Note 3 to entry: In some cases, a CPC may be called a “condensation nucleus counter (CNC)”.

[SOURCE: ISO 15900:2020, 3.8, modified — “using a condensation effect to increase the size of the aerosolized particles” has been added to the definition.]

### 3.2.7

#### **pengklasifikasi mobilitas listrik diferensial DEMC**

pengklasifikasi yang mampu memilih partikel *aerosol* (3.2.1) sesuai dengan mobilitas listriknya dan melewatkannya ke tempat keluarnya

Catatan 1 untuk entri: DEMC mengklasifikasikan partikel aerosol dengan menyeimbangkan gaya listrik pada setiap partikel dengan gaya tarik aerodinamisnya dalam medan listrik. Partikel yang terklasifikasi berada dalam rentang mobilitas listrik yang sempit yang ditentukan oleh kondisi pengoperasian dan dimensi fisik DEMC, sementara partikel tersebut dapat memiliki ukuran berbeda karena perbedaan jumlah muatan yang dimilikinya.

[SUMBER: ISO 15900:2020, 3.11]

### 3.2.8

#### **sistem analisis mobilitas diferensial DMAS**

sistem untuk mengukur distribusi ukuran partikel *aerosol* (3.2.1) submikrometer yang terdiri dari *pengklasifikasi mobilitas listrik diferensial* (3.2.7), meteran aliran, detektor partikel, pipa interkoneksi, komputer dan perangkat lunak yang sesuai

[SUMBER: ISO 15900:2020, 3.12]

### 3.2.9

#### **objek nano**

material dengan satu, dua atau tiga dimensi eksternal dalam *skala nano* (3.2.10)

Catatan 1 untuk entri: Istilah umum untuk semua objek diskrit berskala nano.

[SUMBER: ISO/TS 80004-2:2015, 2.2, diubah — “*discrete piece of*” telah dihapus dari awal definisi dan Catatan 1 pada entri telah diganti.]

### 3.2.10

#### **skala nano**

rentang ukuran berkisar dari 1 nm hingga 100 nm

Catatan 1 untuk entri: Sifat-sifat yang bukan merupakan ekstrapolasi dari ukuran yang lebih besar biasanya akan ditampilkan dalam rentang ukuran ini, namun tidak secara eksklusif. Untuk sifat seperti itu, batas ukuran dianggap sebagai perkiraan.

Catatan 2 untuk entri: Batas bawah dalam definisi ini (kira-kira 1 nm) diperkenalkan untuk menghindari kelompok atom tunggal dan kecil ditetapkan sebagai *objek nano* (3.2.9) atau elemen struktur nano, yang dapat tersirat dengan tidak adanya batas bawah.

[SUMBER: ISO/TS 80004-2:2015, 2.1, diubah — Catatan 1 untuk entri telah diganti dan Catatan 2 untuk entri telah ditambahkan.]

**3.2.7**  
**differential electrical mobility classifier**  
**DEMC**

classifier that is able to select *aerosol* (3.2.1) particles according to their electrical mobility and pass them to its exit

Note 1 to entry: A DEMC classifies aerosol particles by balancing the electrical force on each particle with its aerodynamic drag force in an electrical field. Classified particles are in a narrow range of electrical mobility determined by the operating conditions and physical dimensions of the DEMC, while they can have different sizes due to difference in the number of charges that they have.

[SOURCE: ISO 15900:2020, 3.11]

**3.2.8**  
**differential mobility analysing system**  
**DMAS**

system to measure the size distribution of sub-micrometre *aerosol* (3.2.1) particles consisting of a *differential electrical mobility classifier* (3.2.7), flow meters, a particle detector, interconnecting plumbing, a computer and suitable software

[SOURCE: ISO 15900:2020, 3.12]

**3.2.9**  
**nano-object**

material with one, two or three external dimensions in the *nanoscale* (3.2.10)

Note 1 to entry: Generic term for all discrete nanoscaled objects.

[SOURCE: ISO/TS 80004-2:2015, 2.2, modified — “discrete piece of” has been deleted from the start of the definition and the Note 1 to entry has been replaced.]

**3.2.10**  
**nanoscale**

size range approximately from 1 nm to 100 nm

Note 1 to entry: Properties that are not extrapolations from a larger size will typically, but not exclusively, be exhibited in this size range. For such properties, the size limits are considered approximate.

Note 2 to entry: The lower limit in this definition (approximately 1 nm) is introduced to avoid single and small groups of atoms from being designated as *nano-objects* (3.2.9) or elements of nanostructures, which could be implied by the absence of a lower limit.

[SOURCE: ISO/TS 80004 2:2015, 2.1, modified — Note 1 to entry has been replaced and Note 2 to entry has been added.]

### 3.2.11

#### **aglomerat**

kumpulan partikel atau *agregat* (3.2.12) yang terikat secara lemah atau campuran keduanya yang disatukan oleh gaya lemah dengan luas permukaan luar yang dihasilkan sama dengan jumlah luas permukaan masing-masing komponen

Catatan 1 untuk entri: Gaya lemah, misalnya, adalah gaya van der Waals atau belitan fisik sederhana.

Catatan 2 untuk entri: Aglomerat adalah partikel sekunder dan partikel sumber asli adalah partikel primer.

[SUMBER: ISO/TS 80004-2:2015, 3.4, diubah — “*loosely bound particles or aggregates or mixtures of the two held together by weak forces*” telah menggantikan “*weakly or medium strongly bound particles*” *the notes to entry have been reworded*” catatan untuk entri telah disusun ulang.]

### 3.2.12

#### **agregat**

partikel yang terdiri dari partikel-partikel yang berikatan kuat atau menyatu yang disatukan oleh gaya kuat dengan luas permukaan luar yang dihasilkan secara signifikan lebih kecil daripada jumlah luas permukaan yang dihitung dari masing-masing komponen

Catatan 1 untuk entri: Gaya kuat, misalnya, adalah ikatan kovalen, atau gaya yang dihasilkan dari sintering atau belitan fisik yang kompleks.

Catatan 2 untuk entri: Agregat adalah partikel sekunder dan partikel sumber asli adalah partikel primer.

[SUMBER: ISO/TS 80004-2:2015, 3.5, diubah — “*held together by strong forces*” dan “*calculated*” telah ditambahkan ke definisi dan catatan untuk entri telah disusun ulang.]

### 3.2.13

#### **keberdebuhan**

kecenderungan material untuk menghasilkan debu di udara selama penanganan

Catatan 1 untuk entri: Untuk tujuan Standar ini, kadar keberdebuhan diperoleh dari jumlah debu yang dikeluarkan selama prosedur pengujian standar.

Catatan 2 untuk entri: Keberdebuhan bukanlah sifat intrinsik karena bergantung pada cara mengukurnya.

[SUMBER: EN 1540:2011, 2.5.1]

### 3.2.14

#### **fraksi yang dapat terhirup**

fraksi massa total partikel di udara yang terhirup melalui hidung dan mulut

Catatan 1 untuk entri: Fraksi yang dapat terhirup ditentukan di EN 481:1993<sup>[15]</sup>.

[SUMBER: EN 1540:2011, 2.3.1.1]

### 3.2.15

#### **fraksi toraks**

fraksi massa partikel yang terhirup menembus melampaui laring

Catatan 1 untuk entri: Fraksi toraks ditentukan di EN 481:1993<sup>[15]</sup>.

[SUMBER: EN 1540:2011, 2.3.1.2]



**3.2.11****agglomerate**

collection of loosely bound particles or *aggregates* (3.2.12) or mixtures of the two held together by weak forces where the resulting external surface area is similar to the sum of the surface areas of the individual components

Note 1 to entry: The weak forces, for example, are van der Waals forces or simple physical entanglement.

Note 2 to entry: Agglomerates are secondary particles and the original source particles are primary particles.

[SOURCE: ISO/TS 80004-2:2015, 3.4, modified — “loosely bound particles or aggregates or mixtures of the two held together by weak forces” has replaced “weakly or medium strongly bound particles” the notes to entry have been reworded.]

**3.2.12****aggregate**

particle comprising strongly bonded or fused particles held together by strong forces where the resulting external surface area is significantly smaller than the sum of calculated surface areas of the individual components

Note 1 to entry: The strong forces, for example, are covalent bonds, or those resulting from sintering or complex physical entanglement.

Note 2 to entry: Aggregates are secondary particles and the original source particles are primary particles.

[SOURCE: ISO/TS 80004-2:2015, 3.5, modified — “held together by strong forces” and “calculated” have been added to the definition and the notes to entry have been reworded.]

**3.2.13****dustiness**

propensity of materials to produce airborne dust during handling

Note 1 to entry: For the purpose of this Standard, dustiness is derived from the amount of dust emitted during a standard test procedure.

Note 2 to entry: Dustiness is not an intrinsic property as it depends on how it is measured.

[SOURCE: EN 1540:2011, 2.5.1]

**3.2.14****inhalable fraction**

mass fraction of total airborne particles which is inhaled through the nose and mouth

Note 1 to entry: The inhalable fraction is specified in EN 481:1993<sup>[15]</sup>.

[SOURCE: EN 1540:2011, 2.3.1.1]

**3.2.15****thoracic fraction**

mass fraction of inhaled particles penetrating beyond the larynx

Note 1 to entry: The thoracic fraction is specified in EN 481:1993<sup>[15]</sup>.

[SOURCE: EN 1540:2011, 2.3.1.2]

**3.2.16****fraksi yang dapat terespirasi**

fraksi massa partikel yang terhirup menembus saluran udara yang tanpa silia

Catatan 1 untuk entri: Fraksi yang dapat terespirasi ditentukan di EN 481:1993<sup>[15]</sup>.

[SUMBER: EN 1540:2011, 2.3.1.3]

**4 Lambang**

Untuk tujuan penggunaan Standar ini, lambang yang diberikan dalam Tabel 1 berlaku.

**Tabel 1 — Lambang**

Lambang	Kuantitas	Satuan SI
$n$	jumlah objek nano yang dilepaskan	Tanpa dimensi
$n_t$	laju pelepasan objek nano	$s^{-1}$
$c_n$	konsentrasi jumlah aerosol objek nano	$m^{-3}$
$n_m$	jumlah objek nano spesifik massa yang dilepaskan	$kg^{-1}$
$n_{\Delta m}$	jumlah objek nano spesifik massa hilang yang dilepaskan, dari suatu perlakuan sampel dengan massa hilang $\Delta m$	$kg^{-1}$
$V_t$	laju alir volume aerosol	$m^3/s^1$

**5 Faktor-faktor yang memengaruhi hasil pelepasan objek nano dari serbuk****5.1 Pemilihan metode uji pembentukan**

Tujuan dari pengujian yang direncanakan atau program eksperimen sebaiknya ditentukan secara cermat selama pemilihan metode pembentukan aerosol.

Pemilihan metode pembentukan aerosol bergantung pada pertimbangan berikut:

- sifat serbuk yang tercantum pada Tabel 2;
- penerapan metode uji kadar keberdebuhan standar, lihat seri EN 15051<sup>[17][18][19]</sup>, atau metode perlakuan serbuk lainnya untuk mensimulasikan proses penanganan serbuk secara tipikal dalam praktiknya<sup>[32][34][37]</sup> serta sebagai seleksi parameter perlakuan yang cocok.

Hasil uji yang direncanakan akan bergantung pada kondisi eksperimen yang dipilih.

**CONTOH 1** Penentuan pelepasan objek nano dari suatu serbuk untuk memprediksi pelepasan partikel nano selama proses penanganan serbuk secara manual dan semiotomatis (yaitu tekanan dispersi lemah hingga sedang) untuk pemrosesan industri.

**CONTOH 2** Estimasi pelepasan objek nano dan aglomerat/agregat dari serbuk untuk mensimulasikan skenario terburuk proses penanganan, dengan energi masukan tinggi atau energi aktivasi tinggi diterapkan pada serbuk atau selama pembentukan aerosol untuk studi inhalasi pada hewan. Energi masukan tinggi tersebut kemungkinan besar hanya akan digunakan pada proses yang sepenuhnya tertutup untuk mencegah paparan yang tidak dapat diterima oleh pekerja.

**3.2.16****respirable fraction**

mass fraction of inhaled particles penetrating to the unciliated airways

Note 1 to entry: The respirable fraction is specified in EN 481:1993<sup>[15]</sup>.

[SOURCE: EN 1540:2011, 2.3.1.3]

**4 Symbol**

For the purposes of this Standard, the symbols given in Table 1 apply.

**Table 1 — Symbol**

<b>Symbol</b>	<b>Quantity</b>	<b>SI unit</b>
$n$	nano-object number release	Dimensionless
$n_t$	nano-object release rate	$s^{-1}$
$c_n$	nano-object aerosol number concentration	$m^{-3}$
$n_m$	mass specific nano-object number release	$kg^{-1}$
$n_{\Delta m}$	mass loss specific nano-object number release, from a treated sample with a mass loss $\Delta m$	$kg^{-1}$
$V_t$	aerosol volume flow rate	$m^3/s$

**5 Factors influencing results of nano-object release from powders****5.1 Test generation method selection**

The purpose of the planned test or experimental programme should be carefully defined during the selection of the aerosol generation method.

Selection of the aerosol generation method depends on the following considerations:

- a) the powder properties listed in Table 2;
- b) the applicability of standardized dustiness test methods, see the EN 15051 series<sup>[17][18][19]</sup>, or of other powder treatment methods to simulate the typical powder handling process in practice<sup>[32][34][37]</sup> as well as selection of the appropriate treatment parameters.

The outcome of the planned test will be dependent on the experimental conditions selected.

**EXAMPLE 1** Determination of the nano-object release of a powder to predict release of nanoparticles during manual and automatic moderate powder handling processes (i.e. weak to moderate dispersion stress) for industrial processing.

**EXAMPLE 2** Estimation of nano-object and agglomerate/aggregate release from powder to simulate worst-case scenarios of handling process, where a high energy input or high activation energy is applied to the powder or during the generation of an aerosol for animal inhalation studies. Such high energy input is likely to be used only in fully contained processes to prevent unacceptable exposures to workers.

## 5.2 Sifat-sifat material yang memengaruhi pelepasan objek nano dari serbuk

Sifat-sifat yang memengaruhi pembentukan dan pengukuran serbuk teraerosolisasi yang mengandung objek nano dirangkum dalam Tabel 2. Saat ini, tidak mudah untuk mengukur banyak dari sifat-sifat ini; namun, hal tersebut sebaiknya dipertimbangkan.

Sifat spesifik material serbuk ini relevan dengan desain pengujian (lihat Pasal 6) dan pelaporan data (lihat Pasal 8).

**Tabel 2 — Sifat-sifat representatif yang memengaruhi pelepasan objek nano dari serbuk**

Sifat-sifat	Keterangan
Ukuran partikel	<p>Nilai ukuran partikel bergantung pada metode pengukuran dan diameter ekuivalen yang sesuai (misalnya diameter aerodinamis, diameter mobilitas listrik, diameter area ekuivalen).</p> <p>Ukuran partikel primer atau agregat tidak akan berubah selama penanganan serbuk berstruktur nano. Ukuran partikel aglomerat akan berubah pada kondisi proses dan penanganan tertentu, misalnya tegangan geser.</p> <p>Distribusi ukuran partikel yang diukur akan bergantung pada jenis instrumen. Instrumen ini dapat mengukur diameter aerodinamis atau mobilitas, luas permukaan tertentu, atau parameter lainnya. Bentuk pasti partikel primer akan bergantung pada proses manufaktur. Objek nano mungkin merupakan sebagian kecil dari total massa beberapa material.</p>
Bentuk partikel	<p>Bentuk partikel ditemukan dalam berbagai geometri tergantung pada material dan prosesnya. Aglomerat dan agregat objek nano dapat memiliki bentuk fraktal. Gaya adhesi bergantung pada bentuk partikel karena area kontak.</p>
Kristalinitas	<p>Beberapa material serbuk dapat berada dalam berbagai bentuk kristal atau dalam bentuk amorf. Fraksi fase kristal dapat bervariasi tergantung pada ukuran partikel.</p>
Higroskopisitas dan kadar air	<p>Interaksi partikel dengan uap air di udara dikarakterisasi dengan kelembapan relatif yang akan memengaruhi kohesi partikel. Demikianlah sejarah yang kelembapan relatif dan kondisi lingkungan yang digunakan untuk menyimpan serbuk dapat menjadi hal yang penting.</p> <p>Karakteristik hidrofobik versus hidrofilik memengaruhi tingkat keberdebuhan karena seiring berjalannya waktu, material nano hidrofilik seperti magnesium oksida akan menjadi kurang berdebu karena mengabsorpsi air dari udara. Sebaliknya, beberapa silika amorf sintetik dapat dengan mudah bermuatan elektrostatis dan mudah teraerosolisasi.</p>
Kohesi	<p>Besarnya gaya adhesi antar partikel akan memengaruhi pelepasan partikel ketika gaya dimasukkan ke dalam sistem. Kohesi akan memengaruhi porositas antar partikel dan kemampuan mengalir serbuk. Kecenderungan serbuk nano untuk disinter atau aglomerat juga menjadi pertimbangan.</p>

## 5.2 Material properties influencing nano-object release from powder

Properties influencing the generation and measurements of aerosolized powders containing nano-objects are summarized in Table 2. Presently, it is not necessarily easy to measure many of these properties; however, they should be considered.

These material-specific properties of powder are relevant to test design (see Clause 6) and data reporting (see Clause 8).

**Table 2 — Representative properties influencing nano-object release from powders**

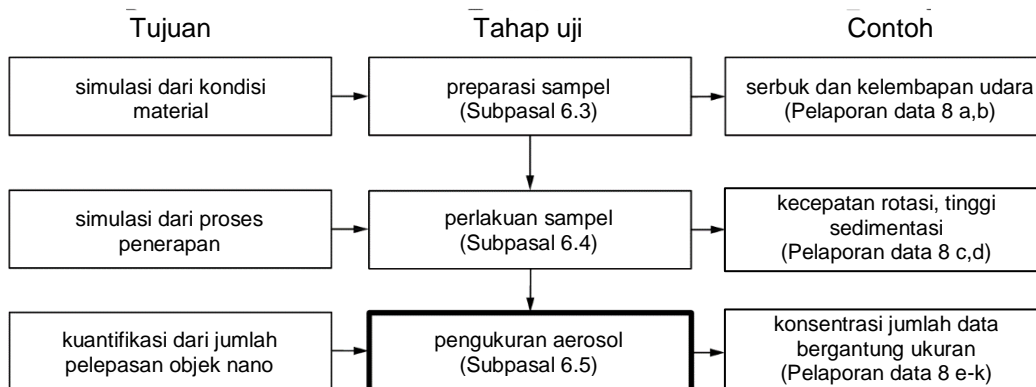
Property	Description
Particle size	<p>The value of the particle size depends on the sizing method and the corresponding equivalent diameter (e.g. aerodynamic diameter, electrical mobility diameter, equivalent area diameter).</p> <p>The particle size of primary particles or aggregates will not change during the handling of nanostructured powders. Particle size of agglomerates will change under certain process and handling conditions, for example, shear stress.</p> <p>The measured size distribution of particles will depend on the type of instrument. The instrument can measure aerodynamic or mobility diameters, specific surface areas or other parameters. The exact shape of primary particles will depend on the manufacturing process. Nano-objects can be a small fraction of the total mass for some materials.</p>
Particle shape	<p>Particle shapes are found in a wide range of geometries depending on the material and the process. Agglomerates and aggregates of nano-objects can have a fractal shape. Adhesion forces depend on the particle shape because of the contact area.</p>
Crystallinity	<p>Some powdered materials can exist in various crystalline states or in amorphous form. The fraction of the crystalline phase can vary depending on the particle size.</p>
Hygroscopicity and moisture content	<p>Interaction of the particle with moisture in the air characterized by the relative humidity will affect the cohesion of the particles. Thus, the history of the relative humidity of the environmental conditions used to store the powder can be important.</p> <p>The hydrophobic versus hydrophilic characteristics affect dustiness because as time goes on a hydrophilic nanomaterial such as magnesium oxide will become less dusty as it absorbs water from the air. Some synthetic amorphous silica, on the other hand, can be easily electrostatically charged and is readily aerosolized.</p>
Cohesion	<p>The magnitude of adhesion forces between particles will affect the detachment of particles as force is introduced into the system. Cohesion will affect the porosity between the particles and flowability of the powder. The tendency of the nanopowders to sinter or agglomerate is also a consideration.</p>

Tabel 2 (lanjutan)

Sifat-sifat	Keterangan
Kerapatan material	Kerapatan material akan memengaruhi aerosolisasi. Misalnya, beberapa oksida tungsten memiliki kerapatan tinggi dan tidak terlalu berdebu.
Porositas	Porositas adalah ukuran ruang kosong dalam suatu material. Ini termasuk porositas objek nano primer, aglomerat dan umumnya kerapatan pengepakan bongkahan serbuk.
Resistivitas listrik	Hambatan listrik serbuk memengaruhi kemampuan sistem untuk disipasi muatan listrik.
Triboelektrik	Kemampuan material untuk menghasilkan listrik statis akan memengaruhi gaya yang ada di dalam serbuk.

### 5.3 Tahapan uji

Gambaran skematis tahapan pengujian yang diperlukan untuk kuantifikasi pelepasan objek nano dari serbuk ditunjukkan pada Gambar 1. Berdasarkan banyaknya faktor yang memengaruhi persiapan dan perlakuan sampel serta kurangnya pemahaman tentang perlakuan sampel, Standar ini memberikan persyaratan tentang kondisi dasar untuk tahap pengukuran aerosol.



Gambar 1 — Gambaran skematis tahapan pengujian untuk kuantifikasi pelepasan objek nano dari serbuk

Saat ini, untuk perlakuan sampel, tidak ada satu metode umum yang dapat distandardisasi sebagai persyaratan. Hampir semua penelitian serbuk mengalami ketidaklengkapan dalam menentukan energi masukan selama perlakuan sampel [38].

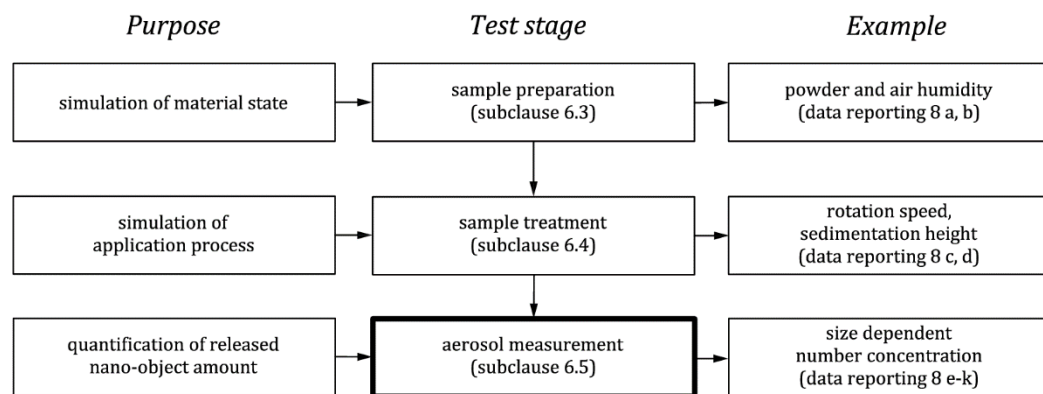
Untuk perlakuan serbuk berulang, empat metode (drum berputar, jatuhan kontinu, drum kecil berputar dan *vortex shaker*) telah distandardisasi untuk pengukuran kadar keberdebuhan serbuk yang mengandung objek nano (lihat Lampiran B) dan perangkat lebih lanjut dievaluasi dan direkomendasikan dalam literatur (lihat Lampiran C). Lampiran D menambahkan perlakuan berkelanjutan pada prinsip-prinsip disaglomerasi teknis.

Table 2 (continued)

Property	Description
Material density	The material density will affect aerosolization. For example, some tungsten oxide has a high density and is not very dusty.
Porosity	Porosity is a measure of the void spaces in a material. This includes the porosity of primary nano-objects, agglomerates and generally the packing density of the bulk powder.
Electrical resistivity	The electrical resistance of the powder affects the ability of the system to dissipate electrical charge.
Triboelectrics	The ability of the material to generate static electricity will affect the forces within the powder.

### 5.3 Test stages

A schematic overview of the test stages necessary for the quantification of nano-object release from powders is shown in Figure 1. Based on the multitude of factors that influence sample preparation and sample treatment and the current lack of understanding of sample treatment, this Standard provides requirements on the basic conditions for the aerosol measurement stage.



**Figure 1 — Schematic overview of test stages for the quantification of nano-object release from powders**

Currently, for sample treatment, no one general method can be standardized as a requirement. Nearly all powder studies suffer from incomplete determination of the energy input during sample treatment<sup>[38]</sup>.

For repeatable powder treatment, four methods (rotating drum, continuous drop, small rotating drum and vortex shaker) have been standardized for dustiness measurement of powders containing nano-objects (see Annex B) and further devices are evaluated and recommended in the literature (see Annex C). Annex D adds continuous treatment in technical disagglomeration principles.

## 6 Persyaratan uji

### 6.1 Umum

**6.1.1** Parameter proses prosedur pengambilan sampel dan prosedur pengukuran harus dipilih sesuai dengan tujuan pengujian dan sifat material yang relevan dari Tabel 2.

**6.1.2** Protokol pengujian harus memuat pertimbangan berikut: tujuan, parameter prosedur, dan sifat material yang relevan.

**6.1.3** Perjanjian antara pembeli dan penjual sebaiknya mencakup pertimbangan kondisi proses yang disimulasikan, kemampuan untuk mengaitkan dengan metode standar dan tujuan penelitian.

### 6.2 Kajian keselamatan

**6.2.1** Kajian keselamatan harus dilakukan untuk material sebelum memulai pengujian. Panduan diberikan di ISO/TR 13121:2011<sup>[4]</sup> dan ISO/TR 27628:2007<sup>[13]</sup>.

Beberapa material nano dapat bersifat toksik. Tingkat keparahan toksisitas dapat bergantung pada komposisi, ukuran, morfologi, dan sifat fisiko-kimia dari partikel pada material.

**PERINGATAN** — Material nano yang berpotensi meledak, *pyrophoric*, atau sensitif terhadap penyalaan dapat menimbulkan bahaya kebakaran atau ledakan. Tindakan pengendalian kesehatan, keselamatan dan lingkungan harus diterapkan untuk meminimalkan dan mencegah paparan partikel nano di udara dan tumpahan selama pemuatan serbuk, pembuangan serbuk bekas dan pembersihan peralatan.

**6.2.2** Pengardean listrik diperlukan untuk mencegah penumpukan muatan elektrostatik. Langkah-langkah pengendalian keselamatan lainnya juga harus dipertimbangkan.

Pembumian unit dispersi harus dilakukan untuk menghindari risiko ledakan debu.

**CATATAN** Pembebanan terkendali pada tabung dan bejana transportasi melalui pengendapan partikel pada awal pengujian dapat memastikan penetrasi maksimum atau kehilangan partikel minimum.

**6.2.3** Pengujian sebaiknya disesuaikan dengan bahayanya. Contoh-contoh berikut ini tidak lengkap namun cukup representatif.

**CONTOH 1** Atmosfer inert digunakan untuk beberapa material dan tindakan pengendalian lainnya dapat diterapkan (misalnya peralatan pengardean listrik, penggunaan matras dan sepatu antistatis).

**CONTOH 2** Material toksik diuji dalam kondisi yang terkendali (misalnya kotak sarung tangan atau lemari asam) atau diganti dengan material yang tidak toksik atau kurang toksik. Material pengganti menunjukkan karakteristik yang signifikan dari material yang dimaksud. Jika material pengganti diuji, maka penjelasan mengenai kesetaraan dengan material toksik dapat dipastikan.

**6.2.4** Analisis mobilitas listrik diferensial untuk partikel aerosol memerlukan sumber radioaktif di dalam perangkat pengukuran. Fungsi pengkondisi muatan partikel adalah untuk menetapkan distribusi muatan bergantung pada ukuran yang diketahui pada aerosol yang diambil sebelum proses klasifikasi ukuran. Konsentrasi ion bipolar ini dapat dihasilkan baik oleh ionisasi radioaktif udara dari sumber radioaktif atau oleh ionisasi pelepasan korona atau pengionisasi sinar-X rendah energi.



## 6 Test requirements

### 6.1 General

**6.1.1** Process parameters of the sampling procedure and of the measurement procedure shall be selected with regard to the purpose of the test and to relevant material properties from Table 2.

**6.1.2** The test protocol shall contain these considerations: the purpose, the procedure parameters and the relevant material properties.

**6.1.3** Agreements between the buyer and the seller should include considerations of the process conditions simulated, an ability to relate to standard methods and the objectives of the study.

### 6.2 Safety assessment

**6.2.1** A safety assessment shall be conducted for the materials before beginning the tests. Guidance is given in ISO/TR 13121:2011<sup>[4]</sup> and ISO/TR 27628:2007<sup>[13]</sup>.

Some nanomaterials can be toxic. The severity of the toxicity can depend on particle composition, size, morphology and other physico-chemical properties of the material.

**WARNING** — A nanomaterial that is potentially explosive, pyrophoric or sensitive to ignition can present a fire or explosive hazard. Health, safety and environmental control measures shall be implemented to minimize and prevent exposure to airborne nanoparticles and spillage during loading of powders, disposal of used powders and cleaning of equipment.

**6.2.2** Electrical grounding is required to prevent electrostatic charge build-up. Other safety control measures also have to be considered.

Earthing of the dispersion unit shall be carried out to avoid the risk dust explosion.

**NOTE** Controlled loading of transportation tubes and vessels by precipitation of particles at the beginning of the test can ensure maximum penetration or minimum particle losses.

**6.2.3** The tests should be tailored according to the hazard. The following examples are not exhaustive but rather are representative.

**EXAMPLE 1** Inert atmospheres are used for some materials and other control measures can be applied (e.g. electrical grounding of equipment, use of antistatic mats and shoes).

**EXAMPLE 2** Toxic materials are tested under appropriate controlled conditions (e.g. glove boxes or fume cupboards) or are substituted with a non-toxic or less toxic substance. The substitute material exhibits the significant characteristics of the materials of interest. If the substitute material is tested, it is specified how the equivalence with the toxic material can be ensured.

**6.2.4** Differential electrical mobility analysis for aerosol particles can require radioactive sources within the measurement device. The function of the particle charge conditioner is to establish a known size-dependent charge distribution on the sampled aerosol prior to the size classification process. This bipolar ion concentration can be produced either by radioactive ionization of air from radioactive sources or by corona discharge ionization or soft X-ray ionizers.

Sebagaimana dinyatakan di ISO 15900:2009<sup>[7]</sup>, penggunaan, transportasi dan pembuangan radioisotop diatur oleh otoritas pemerintah. Standar dan pedoman dasar internasional, misalnya, ditetapkan oleh komisi-komisi Perserikatan Bangsa-Bangsa seperti Badan Energi Atom Internasional (IAEA), Komisi Internasional tentang Perlindungan Radiologi (ICRP) dan Perjanjian mengenai Pengangkutan Internasional Barang Berbahaya melalui Jalan Darat (ADR), dan lain-lain. Peraturan perizinan, pengiriman dan pembuangan yang mengatur sumber radioaktif berbeda-beda di setiap negara. Oleh karena itu, Standar ini hanya dapat memberi saran semua pengguna material radioaktif bahwa undang-undang dan peraturan lokal, nasional, dan internasional ada dan harus dipertimbangkan.

### 6.3 Preparasi sampel

Prosedur preparasi sampel harus dilaporkan, misalnya pengondisian kelembapan sampel dan peralatan uji, pemisahan sampel, pengecasan elektrostatis dan pengayakan untuk membatasi ukuran aglomerat maksimum partikel.

Panduan pengambilan sampel serbuk, pemisahan sampel, dan ukuran sampel minimum diberikan di ISO 14488:2007<sup>[6]</sup>. Tindakan pencegahan keselamatan tambahan untuk material nano memerlukan pengambilan sampel dan pemisahan sampel dalam sistem tertutup atau di dalam lemari asam.

### 6.4 Perlakuan sampel

#### 6.4.1 Metode pembentukan keberdebuhan

##### 6.4.1.1 Pemilihan metode

Metode dengan tingkat energi terapan terkendali yang dipilih untuk mengestimasi kadar keberdebuhan terkait material nano yang diekspektasi dalam lingkungan industri atau pengguna harus didasarkan pada praktik yang telah ditetapkan sebagaimana dijelaskan dalam Pasal 6.4.1. Beberapa kriteria seleksi telah dipublikasikan untuk pengukuran tingkat keberdebuhan serbuk (lihat Lampiran A).

##### 6.4.1.2 Metode uji acuan

Drum berputar, drum kecil berputar, dan metode jatuhnya kontinu (lihat Lampiran B) adalah tiga dari empat metode uji acuan untuk menentukan fraksi massa keberdebuhan yang berhubungan dengan kesehatan dan keberdebuhan berdasarkan jumlah. Metode ini dijelaskan di EN 17199-2:2019<sup>[21]</sup>, EN 17199-3:2019<sup>[22]</sup> dan EN 17199-4:2019<sup>[23]</sup>. *Vortex shaker* adalah metode keempat yang dijelaskan di EN 17199-5:2019<sup>[24]</sup>. Rincian lebih lanjut dicantumkan dalam Lampiran A.1.

##### 6.4.1.3 Metode dinamis

Metode ini hanya menggunakan material serbuk berukuran miligram per pengujian dan sepenuhnya tertutup. Kedua atribut ini berguna untuk mengevaluasi material berskala nano. Peralatan uji terdiri dari ruang gelas, dengan nozel aspirasi untuk menyebarkan sejumlah miligram serbuk uji ke dalam ruang tersebut, dan dua alat sampling di dalam ruang tersebut untuk mengumpulkan debu yang tersebar<sup>[28]</sup>. Aliran udara dan waktu pengambilan sampel dikendalikan oleh penguji, yang terhubung ke sumber vakum. Debu disebarkan dengan menarik debu ke dalam ruang gelas dengan penerapan vakum yang singkat dan cepat (lihat Lampiran C). Dalam pengujian ini, energi masukan tinggi atau energi aktivasi tinggi diterapkan pada serbuk. Masukan ini dapat disesuaikan melalui lubang saluran masuk. Konsentrasi partikel yang dihasilkan bergantung pada waktu.

As stated in ISO 15900:2009<sup>[7]</sup>, the use, transportation and disposal of radioisotopes are regulated by government authorities. Basic international standards and guidelines are, for example, set by commissions of the United Nations such as the International Atomic Energy Agency (IAEA), the International Commission on Radiological Protection (ICRP) and the Agreement concerning the International Carriage of Dangerous Goods by Road (ADR), etc. The licensing, shipping and disposal regulations that govern radioactive sources vary from nation to nation. This Standard can therefore only advise all users of radioactive material that local, national and international laws and regulations exist and shall be considered.

### **6.3 Sample preparation**

Sample preparation procedures shall be reported, e.g. humidity conditioning of the sample and the test equipment, sample splitting, electrostatic charging and sieving for limiting the maximum agglomerate size of particles.

Guidance on powder sampling, sample splitting and minimum sample size is given in ISO 14488:2007<sup>[6]</sup>. Additional safety precautions for nanomaterials require the sampling and sample splitting in closed systems or within a fume cupboard.

### **6.4 Sample treatment**

#### **6.4.1 Dustiness generation methods**

##### **6.4.1.1 Selection of methods**

Methods with controlled levels of applied energy selected to estimate the dustiness related to nanomaterials expected in an industrial or user setting shall be based on established practice as described in 6.4.1. Some selection criteria have been published for dustiness measurement of powders (see Annex A).

##### **6.4.1.2 Reference test methods**

The rotating drum, small rotating drum and the continuous drop methods (see Annex B) are three of the four reference test methods for determining health-related dustiness mass fraction and number-based dustiness. These methods are described in EN 17199-2:2019<sup>[21]</sup>, EN 17199-3:2019<sup>[22]</sup> and EN 17199-4:2019<sup>[23]</sup>. The vortex shaker is the fourth method described in EN 17199-5:2019<sup>[24]</sup>. Further details are given in A.1.

##### **6.4.1.3 Dynamic method**

This method uses only milligrams of powdered material per test and is completely self-enclosed. Both of these attributes are useful to evaluate nanoscale materials. The test apparatus consists of a glass chamber, with an aspiration nozzle to disperse milligram quantities of test powder into the chamber, and two samplers within the chamber to collect the dispersed dust<sup>[28]</sup>. Airflows and sampling times are controlled by the tester, which is connected to a vacuum source. The dust is dispersed by pulling the dust into the glass chamber with a short and rapid application of vacuum (see Annex C). In this test, a high energy input or high activation energy is applied to the powder. This input is adjustable by the inlet orifice. The particle concentration generated is time-dependent.

#### 6.4.2 Metode pendispersian untuk pembentukan aerosol

Metode pendispersian serbuk yang beroperasi secara kontinu telah dikembangkan untuk berbagai aplikasi, termasuk pembentukan debu untuk studi inhalasi, pengujian filter, dan atmosfer lingkungan. Sejumlah metode telah digunakan dan disesuaikan dengan serbuk dan aplikasinya. VDI 3491-3:2018<sup>[25]</sup> merangkum metode pendispersian untuk material padat dan menstandarkan lima realisasi teknis, yang berbeda dalam pengukuran, pendispersian, dan keadaan muatan aerosol. ISO/TR 19601<sup>[8]</sup> menjelaskan karakteristik metode pembentukan aerosol, termasuk kelebihan dan keterbatasannya.

Gambaran umum prinsip-prinsip disaglomerasi ditunjukkan pada Lampiran D. Satu metode tidak dapat mencakup berbagai aplikasi industri yang berbeda dari serbuk yang mengandung objek nano, seperti serbuk berstruktur nano, dan sifat aliran serbuk yang sangat berbeda yang memengaruhi pengukuran dan fluktuasi aliran massa aerosolnya. Semua metode ini mendispersikan sampel serbuk lengkap dengan energi masukan yang sama dan memasukkan semua partikel aerosol yang dihasilkan ke pengukuran.

Investigasi komparatif dari tiga jet pendispersi udara yang paling banyak digunakan menunjukkan kemungkinan menggunakan kecepatan udara rata-rata di zona dispersi sebagai parameter penyesuaian yang mendominasi untuk serbuk berstruktur nano<sup>[34]</sup>.

#### 6.4.3 Laporan pelaksanaan dan perlakuan sampel

**6.4.3.1** Uraian metode pengujian harus mencakup spesifikasi karakteristik aerosolisasi dan disaglomerasi sampel:

a) durasi pengujian dan jumlah pengukuran ulang yang dilakukan;

**CATATAN 1** Pada umumnya sampel serbuk sebelum pengujian berbentuk aglomerat (partikel bersentuhan dengan partikel lain). Uji ini memutus ikatan kohesi yang memisahkan partikel dari aglomerat. Partikel mempunyai kecenderungan kembali membentuk aglomerat tergantung pada kerapatan partikel di udara, lamanya pengujian dan gaya kohesi yang ada, seperti muatan elektrostatis. Oleh karena itu, jumlah disaglomerasi dan aglomerasi berbeda pada setiap jenis pengujian.

b) jenis dan uraian perlakuan serbuk;

**CATATAN 2** Dalam uji jatuhnya, benturan pada bagian bawah yang dilapisi atau tidak dilapisi serbuk akan memengaruhi hasil.

c) desain saluran masuk dari metode pengujian

**CATATAN 3** Dalam metode dinamis, diameter saluran masuk dapat memengaruhi percepatan dan perlambatan aglomerat dalam ruang pengambilan sampel.

**6.4.3.2** Parameter perlakuan sampel berikut memengaruhi pelepasan partikel yang dihasilkan. Hasil tersebut harus dijaga konstan selama pengujian dan di antara pengujian untuk mencapai reproduktifitas hasil. Untuk perbandingan antara uji yang berbeda, uji tersebut sebaiknya diukur.

a) Volume sampel dan waktu tinggal sampel di zona perlakuan. Volume sampel dan massa sampel harus dicatat. Untuk memastikan reproduktifitas, volume yang digunakan harus berupa volume “yang dipadatkan” dari hanya sekedar volume “tuang”. Panduan mengenai cara menentukan volume “yang dipadatkan” diberikan di ISO 787-11<sup>[1]</sup> dan untuk volume sampel “tuang” di EN 15051-3:2013, Lampiran B<sup>[19]</sup>.

## 6.4.2 Dispersing methods for aerosol generation

Continuously operating powder dispersing methods have been developed for a wide range of applications, including generating dust for inhalation studies, filter testing and environmental atmospheres. A number of methods have been used and are tailored to the powder and the application. VDI 3491-3:2018<sup>[25]</sup> summarizes dispersing methods for solid materials and standardizes five technical realizations, differing in metering, dispersing and state of charge of the aerosol. ISO/TR 19601<sup>[8]</sup> describes characteristics of such aerosol generation methods, including their advantages and limitations.

An overview of disagglomeration principles is shown in Annex D. One method cannot cover the wide range of different industrial applications of powders containing nano-objects, such as nanostructured powders, and the very different flow properties of powders influencing the metering and mass flow fluctuations of the aerosol. All these methods disperse the complete powder sample with the same energy input and feed all generated aerosol particles to the measurement.

Comparative investigations of the three most widely used air jet dispersers showed the possibility of using the average air velocity in the dispersion zone as the dominating adjustment parameter for nanostructured powders<sup>[34]</sup>.

## 6.4.3 Sample treatment execution and report

**6.4.3.1** The description of the test method shall include specification of sample aerosolization and disagglomeration characteristics:

a) duration of the test and the number of repeat measurements made;

**NOTE 1** In general, powder samples before testing are agglomerates (particles touching other particles). The test breaks the cohesive bonds separating particles from the agglomerates. Particles have a tendency to re-agglomerate depending on the particle density in air, the length of the test and the cohesive forces present, such as electrostatic charge. Therefore, the amount of disagglomeration and agglomeration differs with each type of test.

b) type and description of treatment of the powder;

**NOTE 2** In the drop test, impact on the bottom coated or uncoated with powder will affect the results.

c) inlet design of the test method.

**NOTE 3** In the dynamic method, the inlet diameter can influence the agglomerate acceleration and deceleration within the sampling chamber.

**6.4.3.2** The following sample treatment parameters have an influence on the resulting particle release. They shall be kept constant throughout the tests and between tests to achieve reproducibility of the results. For comparison between different tests, they should be quantified.

a) Sample volume and residence time of the sample in the treatment zone. Both sample volume and sample mass shall be recorded. To ensure reproducibility, the volume used shall be a “tamped” volume rather than a “pour” volume. Guidance on how to determine a “tamped” volume is given in ISO 787-11<sup>[1]</sup> and for a “pour” sample volume in EN 15051-3:2013, Annex B<sup>[19]</sup>.

- b) Energi masukan mekanik ke zona perlakuan (misalnya aliran udara dan penurunan tekanan).

**CATATAN** Penelitian diperlukan untuk mengukur gaya atau energi yang bekerja langsung pada sampel atau aglomerat, seperti tegangan geser lokal, yang diakibatkan oleh gradien kecepatan atau tumbukan dinamis.

- c) Kelembapan, suhu dan konsentrasi ion.  
d) Aliran volume udara melalui zona perlakuan.  
e) Konsentrasi partikel di udara selama perlakuan (jarak antar partikel menentukan rasio disaglomerasi/aglomerasi).

EN 17199-1:2019<sup>[20]</sup> menentukan pengondisian serbuk. Untuk pengujian standar dan uji banding, material uji harus dikondisikan pada kelembapan relatif (RH)  $(50 \pm 5)\%$  sebelum pengujian hingga mencapai massa yang stabil. Untuk karakterisasi material bongkahan dalam kondisi tempat kerja, material bongkahan harus dikirim ke organisasi yang melakukan uji kadar keberdebuhan seperti yang ditempatkan di pasar atau seperti yang digunakan oleh pengguna hilir, dalam wadah kedap udara. Material tersebut harus diuji dalam kondisi seperti saat diterima.

Suhu sebaiknya dijaga konstan pada  $21 \text{ °C} \pm 3 \text{ °C}$  (EN 17199-1:2019<sup>[20]</sup>).

#### **6.4.3.3 Peralatan uji sebaiknya diardekan secara kelistrikan**

**6.4.3.4** Keberulangan proses aerosolisasi dan disaglomerasi harus ditentukan melalui 3 hingga 10 pengujian sampel serbuk segar. Hal ini dapat dilaporkan sebagai nilai minimum dan maksimum selain nilai rata-rata pelepasan jumlah partikel. Keberulangan pengukuran juga harus dilaporkan seperti dijelaskan dalam Pasal 6.5.3.

### **6.5 Pengukuran objek nano teraerosolisasi**

#### **6.5.1 Pemilihan metode pengukuran**

Harmonisasi rangkaian pengambilan sampel dan pilihan instrumen penting untuk memastikan hasil pengukuran yang dapat dibandingkan antara metode pengujian pembentukan.

Parameter kinerja perangkat pengukuran aerosol berikut menentukan validitas dan batasan eksperimen pelepasan objek nano: rentang ukuran partikel, rentang konsentrasi partikel, mode pengoperasian, laju alir, dan tekanan mekanis pada partikel yang diukur sebelum atau di zona pengukuran.

Keempat jenis instrumen yang tersedia untuk mengukur aerosol skala nano secara waktu nyata atau mendekati waktu nyata dirangkum dalam Tabel 2. Seperti dapat dilihat, tidak ada instrumen yang mengukur hingga 1 nm dan semuanya mengukur lebih besar dari 100 nm.

CPC tidak memberikan informasi ukuran dan hanya memberikan konsentrasi jumlah partikel dalam rentang ukuran tertentu. Instrumen yang lain dapat digunakan untuk memantau distribusi ukuran yang lebih spesifik tergantung pada kemampuan operasionalnya.

b) Mechanical energy input to the treatment zone (e.g. air flow and pressure drop).

**NOTE** Research is needed on the measurement of the force or energy acting directly on the sample or agglomerates, such as local shear stress, resulting from velocity gradients or dynamic impact.

c) Humidity, temperature and ion concentration.

d) Air volume flow through the treatment zone.

e) Particle concentration in the air during treatment (interparticle distances determine the ratio of disagglomeration/agglomeration).

EN 17199-1:2019<sup>[20]</sup> specifies the conditioning of the powder. For standard testing and inter-comparison, test materials shall be conditioned at a relative humidity (RH) of  $(50 \pm 5)\%$  before testing until they reach a stable mass. For the characterization of the bulk material under workplace conditions, the bulk material shall be sent to the organization performing the dustiness test as placed on the market or as used by the downstream user, in air-tight containers. It shall be tested in the state in which it was received.

The temperature should be kept at a constant  $21 \text{ °C} \pm 3 \text{ °C}$  (EN 17199-1:2019<sup>[20]</sup>).

**6.4.3.3** The test equipment should be electrically grounded.

**6.4.3.4** The repeatability of the aerosolization and disagglomeration process shall be determined over 3 to 10 tests of fresh powder samples. It can be reported as minimum and maximum values in addition to the average values of the particle number release. The repeatability of the measurement shall also be reported as described in 6.5.3.

## **6.5 Measurement of aerosolized nano-objects**

### **6.5.1 Selection of the measuring method**

The harmonization of sampling train and choice of instruments is important to ensure comparable measurement results between generation test methods.

The following performance parameters of aerosol measurement devices define the validity and limits of nano-object release experiments: particle size range, particle concentration range, operating mode, flow rate and the mechanical stress on the measured particles before or in the measurement zone.

The four types of instrument which are available to measure nanoscale aerosols in real-time or near real-time are summarized in Table 2. As can be seen, none of the instruments measure down to 1 nm and all measure greater than 100 nm.

The CPC does not provide size information and only gives a particle number concentration in a certain size range. The other instruments can be used to monitor more specific size distributions depending on their operational capabilities.

Instrumen jenis DMAS mengandalkan satu pengklasifikasi sehingga harus memindai rentang ukuran yang dipilih, yang dapat memakan waktu sekitar satu menit. Instrumen ini hanya dapat digunakan ketika konsentrasi partikel yang konstan dibentuk/dilepaskan (misalnya perangkat jatuhnya kontinu atau metode pendispersian seperti generator sikat berputar). Pengukuran PSD dengan DMAS didasarkan pada klasifikasi partikel berdasarkan diameter mobilitas listrik  $x_{emob}$ , yang bergantung pada ukuran dan muatan listriknya, namun tidak bergantung pada kerapatannya (lihat juga Lampiran E.1). Konsentrasi jumlah terkait diukur secara bersamaan dengan kombinasi CPC.

Spektrometer partikel mobilitas berbasis elektrometer menggunakan beberapa jalur klasifikasi untuk mengalokasikan pelat elektrometer untuk pencacahan jumlah tidak langsung melalui pencacahan muatan listrik. Metode ini mengukur distribusi mobilitas listrik  $x_{emob}$  lebih cepat (hingga 1 detik).

Penumbuk tekanan rendah elektrik (ELPI) juga menggunakan pelat elektrometer yang dialokasikan untuk pengukuran cepat diameter aerodinamis  $x_{aero}$  setelah rangkaian nozel. Diameter bulatan ekuivalen yang bergantung pada kerapatan ini relevan, misalnya, untuk paparan inhalasi (lihat juga Lampiran E.2).

**Tabel 3 — Parameter kinerja tipikal dari perangkat pengukuran aerosol objek nano**

Instrumen	Hasil	Ukuran partikel Nm	Konsentrasi partikel $cm^{-3}$	Mode operasi (laju pemindaian)	Laju alir l/min	Tegangan, lihat juga Lampiran F
CPC	Jumlah konsentrasi	3 hingga 3.000	0 hingga $1 \times 10^7$	Kontinu (1 s)	0,03 hingga 3	Defleksi aerosol, aliran kapiler
DMAS	PSD ( $x_{emob}$ )	3 hingga 1.000	$1 \times 10^3$ hingga $1 \times 10^7$	Intermiten atau kontinu (30 s hingga 600 s)	0,3	Saluran masuk penumbuk, defleksi aerosol
Spektrometer partikel mobilitas berbasis elektrometer: pengukur partikel mobilitas cepat (FMPS), pengukur partikel pembuangan mesin (EEPS)	PSD ( $x_{emob}$ )	6 hingga 1.000	$1 \times 10^4$ hingga $1 \times 10^8$	Kontinu (1 s)	10	Saluran masuk siklon
ELPI/ELPI+	PSD ( $x_{aero}$ )	7 hingga 10.000	200 hingga $2 \times 10^7$	Kontinu (1 s)	10	Pantulan dan tiupan aerodinamis (jika substrat tidak diberi lemak atau jumlah debu yang terkumpul terlalu banyak)



The DMAS-type instruments rely on a single classifier so they have to scan the size range selected, which can take around a minute. It can only be used when a constant concentration of particles is generated/released (e.g. continuous drop devices or dispersing methods such as rotating brush generators). The measurement of PSDs with a DMAS is based on particle classification by the electrical mobility diameter  $x_{emob}$ , which depends on its size and its electrical charge, but not on the density (see also E.1). The related number concentrations are measured simultaneously with the CPC in combination.

Electrometer-based mobility particle spectrometers use several classifying pathways to allocated electrometer plates for indirect number counting via electrical charge counting. This method measures electrical mobility distribution of  $x_{emob}$  much faster (up to 1 s).

An electrical low pressure impactor (ELPI) also uses allocated electrometer plates for fast measurement of the aerodynamic diameter  $x_{aero}$  after a cascade of nozzles. This density-dependent equivalent spherical diameter is relevant, for example, for inhalation exposure (see also E.2).

**Table 3 — Typical performance parameters of nano-object aerosol measurement devices**

Instrument	Result	Particle size Nm	Particle concentration $cm^{-3}$	Operation mode (scan rate)	Flow rate l/min	Stress, see also Annex F
CPC	Number concentration	3 to 3.000	0 to $1 \times 10^7$	Continuous (1 s)	0,03 to 3	Aerosol deflection, capillary flow
DMAS	PSD ( $x_{emob}$ )	3 to 1.000	$1 \times 10^3$ to $1 \times 10^7$	Intermittent or continuous (30 s to 600 s)	0,3	Inlet-impactor, aerosol deflection
Electrometer-based mobility particle spectrometer: fast mobility particle sizer (FMPS), engine exhaust particle sizer (EEPS)	PSD ( $x_{emob}$ )	6 to 1.000	$1 \times 10^4$ to $1 \times 10^8$	Continuous (1 s)	10	Inlet cyclone
ELPI/ELPI+	PSD ( $x_{aero}$ )	7 to 10.000	200 to $2 \times 10^7$	Continuous (1 s)	10	Aerodynamic bounce and blow off (if substrates not greased or quantity of dust collected too high)

Instrumen pengukuran waktu nyata tambahan yang dapat digunakan untuk memberikan informasi lebih lanjut mengenai ukuran partikel yang lebih besar tercantum dalam Lampiran E.

Tegangan geser pada zona pengukuran juga dapat memecahkan aglomerat yang lemah. Hal ini diestimasi dalam Lampiran F untuk mempertimbangkan pengukuran aglomerat yang tidak stabil, misalnya material nano pirogenik.

### **6.5.2 Transportasi dan parameter pengambilan sampel**

Instrumen pengukuran biasanya dihubungkan dengan proses pembentukan aerosol dengan penggunaan tabung untuk pengambilan sampel. Setiap instrumen juga akan memiliki laju alir operasional dan geometri saluran masuk serta praselektor (misalnya penumbuk atau siklon) untuk mengecualikan partikel di atas ukuran tertentu.

Transportasi dan parameter proses pengambilan sampel meliputi hal-hal berikut:

- a) Material, panjang dan diameter tabung untuk pengambilan sampel. Tabung yang terbuat dari material penghantar listrik sangat penting untuk meminimalkan kehilangan partikel akibat pengendapan elektrostatis. Selain itu, difusi, gravitasi, dan inersia dapat menyebabkan kerugian pada tabung, oleh karena itu sebaiknya dibuat sesingkat mungkin. Namun, instrumen beroperasi pada laju alir yang berbeda dan kerugian akan berbeda meskipun panjang dan ukuran pipanya sama. Konsentrasi jumlah partikel dalam tabung tidak boleh lebih besar dari  $1.000.000 \text{ cm}^{-3}$  untuk membatasi koagulasi partikel (aglomerasi).
- b) Pengambilan sampel aliran udara dan rasio pengenceran.
- c) Laju alir dalam tabung biasanya ditentukan oleh laju alir alat ukur. Udara pengenceran tambahan yang disaring mungkin diperlukan untuk mencapai laju alir yang diperlukan dan/atau untuk mengurangi konsentrasi partikel sesuai persyaratan instrumen pengukuran.
- d) Tegangan geser akibat praklasifikasi aerodinamis (pada saluran masuk perangkat pengukuran). Setiap instrumen akan memiliki laju alir operasional dan geometri saluran masuk serta praselektornya sendiri (misalnya penumbuk atau siklon) untuk mengecualikan partikel di atas ukuran tertentu. Ini dapat mengecualikan atau memecah aglomerat partikel berskala nano dari zona pengukuran. Setiap instrumen mengecualikan ukuran partikel yang berbeda dengan menggunakan metode yang berbeda (lihat Tabel 2).

### **6.5.3 Pertimbangan sebelum pengujian**

Konsentrasi latar belakang harus diminimalkan untuk meningkatkan sensitivitas deteksi objek nano yang direkayasa dan partikel berstruktur nano yang dihasilkan dari pengujian. Oleh karena itu, peralatan uji harus dibersihkan secara hati-hati dari sebagian besar partikel sisa sebelum memulai pengukuran dengan mengalirkan udara bebas partikel melalui generator, perangkat transportasi dan pengukuran untuk jangka waktu yang cukup. Pembacaan latar belakang rangkaian pengambilan sampel sebaiknya ditentukan sebelum memulai pembentukan partikel. Hal ini terkadang perlu dikurangi dari hasil uji jika latar belakang melebihi  $>1\%$  dari hasil uji mana pun.

Pengujian harus diulang sekurang-kurangnya tiga kali dan dihitung rata-ratanya.

Additional real-time measurement instruments which can be used to provide more information on the larger particle sizes are listed in Annex E.

Shear stress in the measurement zone can also break-up loose agglomerates. This is estimated in Annex F for considering the measurement of instable agglomerates, e.g. of pyrogenic nanomaterial.

### 6.5.2 Transport and sampling parameters

The measuring instruments are usually interfaced to the aerosol generation process by the use of sampling tubes. Each instrument will also have its own operational flow rate and inlet geometry and pre-selector (e.g. impactor or cyclone) to exclude particles above a certain size.

Transport and sampling process parameters include the following:

- a) The material, length and diameter of sampling tubes. Tubes made of electrically conductive materials are essential for minimizing particle losses due to electrostatic deposition. Furthermore, diffusion, gravity and inertia can cause losses in tubes, which therefore should be as short as possible. However, instruments operate on different flow rates and losses will be different even if the length and size of the tubing is the same. Particle number concentration in the tubes should not be greater than  $1.000.000 \text{ cm}^{-3}$  to limit particle coagulation (agglomeration).
- b) Sampling air flow and dilution ratio.
- c) The flow rate in the tube is usually defined by the flow rate of the measurement instrument. Additional filtered dilution air can be needed to reach the required flow rate and/or to reduce the concentration of particles to the requirements of the measurement instrument.
- d) Shear stress as a result of aerodynamic pre-classification (at the inlet of the measurement device). Each instrument will have its own operational flow rate and inlet geometry and pre-selector (e.g. impactor or cyclone) to exclude particles above a certain size. These can either exclude or break-up agglomerates of nanoscale particles from the measurement zone. Each instrument excludes different sizes of particles using different methods (see Table 2).

### 6.5.3 Considerations before testing

Background concentration shall be minimized to improve the detection sensitivity of the engineered nano-objects and nanostructured particles generated from the test. Therefore, the test equipment has to be carefully cleared of most residual particles before the beginning of the measurement by drawing particle-free air through the generator, transport and measuring devices for a sufficient time period. The background readings of the sampling train should be determined before starting the generation of particles. These sometimes need to be subtracted from the test results if the background exceeds >1% of any test result.

The tests shall be repeated at least three times and an average calculated.

Pengulangan dan keandalan pengukuran aerosol harus dibuktikan terlebih dahulu dengan mengukur uji aerosol yang dimasukkan ke zona perlakuan. Uji aerosol tersebut dapat dihasilkan, misalnya, dengan penyemprotan dan pengeringan larutan berbagai jenis garam. Pengoperasian peralatan pengukuran aerosol dalam pengukuran lapangan oleh personel terlatih biasanya memiliki ketidakpastian dalam skala nano dalam pengukuran ukuran partikel sekitar 5% dan pengukuran konsentrasi jumlah partikel sekitar 20%.

#### 6.5.4 Hasil pengukuran ukuran dan konsentrasi

##### 6.5.4.1 Jumlah objek nano yang dilepaskan

Ukuran kuantitas “massa” suatu fraksi ukuran partikel bergantung pada pangkat tiga ukuran partikel, yaitu jika ukuran partikel berkurang dengan faktor 10, maka massa partikel akan berkurang dengan faktor 1.000. Dengan demikian, konsentrasi massa objek nano mungkin terlalu rendah untuk diukur sendiri dengan instrumen yang tersedia secara komersial saat ini. Metode berbasis jumlah adalah yang paling sensitif untuk kelas ukuran terkecil pada PSD yang luas. Di sisi lain, metode di atas jarang mencacah partikel dalam kelas terbesar dengan reproduktifitas relatif rendah (dengan ukuran partikel di atas skala nano dan oleh karena itu tidak relevan untuk Standar ini).

Benda ukur umum, jumlah objek nano yang dilepaskan  $n$ , diberikan oleh Rumus (1). Jika relevan, rasio pengenceran harus diperhitungkan.

$$n = n_t \cdot t = c_n \cdot V_t \cdot t \tag{1}$$

dengan

- $n_t$  adalah laju pelepasan objek nano;
- $c_n$  adalah konsentrasi jumlah aerosol objek nano;
- $t$  adalah waktu pengukuran;
- $V_t$  adalah laju alir volume aerosol melalui zona perlakuan.

Untuk konsentrasi pelepasan variabel, suku kedua pada Rumus (1) dapat dievaluasi seperti yang ditunjukkan pada Rumus (2):

$$n = V_t \sum_i c_{n,i} \cdot \Delta t_i \tag{2}$$

dengan

- $c_{n,i}$  adalah konsentrasi jumlah aerosol objek nano dalam kenaikan waktu;
- $\Delta t_i$  adalah kenaikan waktu (yaitu resolusi waktu) instrumen.

##### 6.5.4.2 Jumlah objek nano spesifik yang dilepaskan

Jumlah objek nano spesifik yang dilepaskan dinyatakan dalam dua bentuk, dalam kaitannya dengan sampel.

- a) Jumlah objek nano spesifik massa yang dilepaskan  $n_m$ , seperti yang tertera dalam Rumus (3), dinyatakan dalam jumlah per kg:

$$n_m = \frac{n}{m} \tag{3}$$

dengan  $m$  adalah massa sampel uji.

Repeatability and reliability of aerosol measurements shall be demonstrated first by measuring test aerosols introduced to the treatment zone. Such test aerosols could be generated, for example, by the spraying and drying of solutions of different salt types. The operation of aerosol measurement equipment in field measurements by trained personnel typically has uncertainties in the nanoscale in particle size measurement of about 5% and in particle number concentration measurement of about 20%.

#### 6.5.4 Size and concentration measurement results

##### 6.5.4.1 Nano-object number release

The quantity measure “mass” of a particle size fraction depends on the third power of the particle size, i.e. if the particle size decreases by a factor of 10, the particle mass reduces by a factor of 1.000. Thus, the nano-object mass concentration can be too low to be measured alone with current commercially available instruments. Number-based methods are the most sensitive for the smallest size classes in broad PSDs. On the other hand, they count seldom particles in the largest classes with low relative reproducibility (with particle sizes above the nanoscale and therefore not relevant for this Standard).

The general measurand, the nano-object number release  $n$ , is given by Formula (1). If relevant, the dilution ratio has to be taken into account.

$$n = n_t \cdot t = c_n \cdot V_t \cdot t \quad (1)$$

where

- $n_t$  is the nano-object release rate;
- $c_n$  is the nano-object aerosol number concentration;
- $t$  is the measurement time;
- $V_t$  is aerosol volume flow rate through the treatment zone.

For variable release concentrations, the second term in Formula (1) can be evaluated as shown in Formula (2):

$$n = V_t \sum_i c_{n,i} \cdot \Delta t_i \quad (2)$$

where

- $c_{n,i}$  is the nano-object aerosol number concentration in an increment of time;
- $\Delta t_i$  is the time increment (i.e. time resolution) of the instrument.

##### 6.5.4.2 Specific nano-object number release

The specific nano-object number release is expressed in two forms, in relation to the sample.

- a) The mass specific nano-object number release  $n_m$ , as given in Formula (3), expressed in number per kg:

$$n_m = \frac{n}{m} \quad (3)$$

where  $m$  is the mass of the test sample.

- b) Jumlah objek nano spesifik massa hilang yang dilepaskan  $n_{\Delta m}$ , seperti yang tertera dalam Rumus (4), dinyatakan dalam jumlah per kg.

$$n_{\Delta m} = \frac{n}{\Delta m} \quad (4)$$

dengan

$n$  adalah jumlah objek nano yang dilepaskan;

$\Delta m$  adalah perbedaan massa sampel uji sebelum dan sesudah pengujian.

Batasan rentang ukuran partikel dan karakterisasi pelepasan partikel yang lebih besar harus dilaporkan.

### 6.5.4.3 Batas rentang ukuran

#### 6.5.4.3.1 Umum

Skala nano yang diterapkan dalam Standar ini harus berkisar dari 1 nm hingga 100 nm. Diakui bahwa resolusi batas bawah saat ini secara teknis belum tercapai. Selain itu, pada batas atas, metode pengukuran yang berbeda dapat memberikan hasil yang berbeda. Rincian eksperimen harus ditentukan mengikuti Pasal 8.

#### 6.5.4.3.2 Batas bawah ukuran

Objek nano (lebih tepatnya, partikel nano) dengan ukuran di bawah sekitar 10 nm memerlukan desain perangkat pengambilan sampel dan pengukuran yang spesifik karena adanya kehilangan difusi dalam tabung atau pada saluran masuk instrumen. Tergantung pada PSD berbasis jumlah, konsentrasi jumlah partikel yang ditentukan bisa terlalu rendah, dan pencacah partikel dengan batas bawah ukuran yang berbeda dapat memberikan konsentrasi jumlah partikel yang berbeda.

Sebagai contoh, pengukuran ukuran dengan DMAS dapat diterapkan untuk pengukuran ukuran partikel mulai dari sekitar 1 nm hingga 1  $\mu\text{m}$ , lihat ISO 15900:2009<sup>[7]</sup>. Namun, batas ukuran yang lebih rendah didefinisikan sebagai diameter instrumen untuk mencacah 50% partikel (~3 nm).

#### 6.5.4.3.3 Batas atas ukuran

Karena definisi geometris objek nano di ISO/TS 80004-2:2015, sebagai praktik terbaik saat ini, diameter ekuivalen yang diukur harus dilaporkan serta rumus konversinya ke dimensi geometris 100 nm (ketebalan pelat nano atau lebar serat nano) dan asumsi yang diperlukan mengenai bentuk, struktur, dan kerapatan objek nano yang sebenarnya untuk penghitungan ini.

Interpretasi diameter ekuivalen dari hasil pengukuran objek nano lainnya (pelat nano dan serat nano) memerlukan studi lebih lanjut untuk memahami efek bentuk dan struktur pada ukuran partikel. Salah satu cara untuk mengestimasi sifat-sifat ini adalah dengan menggunakan karakterisasi mikroskop elektron resolusi tinggi terhadap ukuran, bentuk, dan porositas partikel dalam serbuk yang sedang diselidiki untuk mengidentifikasi dimensi dan morfologi objek nano yang paling banyak. Informasi ini kemudian dapat digunakan, dengan asumsi tertentu sehubungan dengan prinsip-prinsip fisik pendeteksian, untuk menghubungkan sinyal dari perangkat pengukuran dengan ukuran objek nano yang terdeteksi.

- b) The mass loss specific nano-object number release  $n_{\Delta m}$ , as given by Formula (4), expressed in number per kg.

$$n_{\Delta m} = \frac{n}{\Delta m} \quad (4)$$

where

$n$  is the nano-object number release;

$\Delta m$  is the mass difference of the test sample before and after testing.

Particle size range limits and the release characterization of larger particles shall be reported.

### 6.5.4.3 Size range limits

#### 6.5.4.3.1 General

The nanoscale as applied in this Standard shall range from 1 nm to 100 nm. It is acknowledged that the resolution of the lower limit is currently technically unfeasible. Also, at the upper limit, different measurement methods can yield different results. The experimental details shall be specified following Clause 8.

#### 6.5.4.3.2 Lower size limit

Nano-objects (more precisely, nanoparticles) with size below about 10 nm require specific sampling and measurement device design because of diffusion losses in tubes or at the inlet of the instruments. Depending on the number-based PSD, the determined particle number concentration can be too low, and particle counters with different lower size limits can give different particle number concentrations.

For example, size measurement by a DMAS is applicable to particle size measurements ranging from approximately 1 nm to 1  $\mu\text{m}$ , see ISO 15900:2009<sup>[7]</sup>. However, the lower size limit is defined as the diameter at which the instrument counts 50% of the particles (~3 nm).

#### 6.5.4.3.3 Upper size limit

Because of the geometric definition of nano-objects in ISO/TS 80004-2:2015, as the current best practice, the equivalent diameter measured shall be reported as well as its conversion formula to a geometric dimension of 100 nm (thickness of nanoplates or width of nanofibres) and the necessary assumptions on shape, structure and density of the real nano-objects for this calculation.

The interpretation of equivalent diameters from measurement results of other nano-objects (nanoplates and nanofibres) requires further studies to understand the shape and structure effects on particle sizing. One way of estimating these properties would be to use high resolution electron microscope characterization of the size, shape and porosity of the particles in the powder being investigated in order to identify the dimensions and morphology of the most abundant nano-objects. This information could then be used, with certain assumptions with respect to the physical principles of detection, to relate the signals from the measuring device(s) to the size of nano-objects detected.

Menghubungkan uji pelepasan objek nano dengan uji keberdebuhan atau uji pelepasan partikel lainnya dalam rentang ukuran yang lebih besar sangat berguna untuk memungkinkan interpretasi hasil yang lebih baik, terutama perlakuan disaglomerasi dan tegangan yang diterapkan. Oleh karena itu, pengukuran simultan ukuran partikel yang lebih besar dalam rentang ukuran submikrometer atau mikrometer direkomendasikan.

Namun demikian, prinsip pengoperasian instrumentasi ukuran partikel membatasi rentang ukuran partikel yang dapat diukur. Oleh karena itu, lebih dari satu jenis instrumen sering digunakan dengan rentang ukuran yang tumpang tindih. Tergantung pada materialnya, distribusi ukuran ini tidak selalu sama persis, karena prinsip pengukuran yang berbeda menghasilkan diameter ekuivalen yang berbeda.

Untuk menghitung satu diameter dari diameter lainnya, sifat material tertentu perlu diketahui. Asumsi sifat material yang relevan untuk perhitungan ini harus dilaporkan, misalnya, kerapatan, bentuk, atau indeks bias partikel.

Selain itu, efek spesifik perangkat, misalnya, kesalahan koinciden dan efisiensi pencacahan, dapat mengurangi konsentrasi partikel yang diukur pada batas rentang pengukuran.

Spektrometer partikel optik dan pencacah partikel optik, yang hanya mencakup bagian atas dari rentang subukuran 100 nm, distandardisasi di ISO 21501-1:2009<sup>[9]</sup> dan ISO 21501-4:2018<sup>[10]</sup>.

Difraksi laser yang dikombinasikan dengan hamburan cahaya laser statis dapat digunakan untuk mengukur PSD (bukan konsentrasi) dari skala nano (tergantung pada sifat optik dan tidak adanya terlalu banyak partikel yang lebih besar) hingga ratusan mikrometer. Alat ini juga memungkinkan pengamatan disaglomerasi dan distandarisasi di ISO 13320:2020<sup>[5]</sup>.

### 6.5.5 Distribusi ukuran partikel dan parameter pengukuran karakteristik lainnya

Untuk konversi jumlah partikel yang dilepaskan menjadi volume atau massa partikel, PSD dan bentuk, porositas, dan kerapatan partikel harus diketahui. Penghitungan kerapatan efektif partikel yang diaglomerasi sangat sulit, karena porositas, tergantung pada parameter struktur seperti dimensi fraktal yang harus ditentukan. Salah satu metode untuk menentukan parameter struktur yang diperlukan dapat berupa analisis gambar mikroskopi pemindaian elektron (SEM) /mikroskopi transmisi elektron (TEM) dari partikel yang tidak terlapisi (*not sputtered*), yang diambil sampelnya secara paralel dengan pengukuran aerosol. Kerapatan semu yang dipadatkan dapat memberikan estimasi atau bukti penghitungan.

Bentuk, porositas, dan kerapatan partikel juga dapat diperoleh dari kombinasi DMAS dan alat analisis massa partikel aerosol (sentrifus).



Linking nano-object release tests to dustiness tests or other particle release tests in larger size ranges is very useful to enable better interpretation of the results, especially also of the disagglomeration treatment and applied stress. Therefore, simultaneous measurement of larger particle sizes in the sub-micrometre or micrometre size range is recommended.

However, the principle of operation of particle size instrumentation limits the range of particle sizes that can be measured. Therefore, more than one type of instrument is often used with overlapping size ranges. Depending on the material, these size distributions do not always match exactly, because different measuring principles deliver different equivalent diameters.

To calculate one diameter from another, certain material properties need to be known. The assumptions on material properties, relevant for this calculation, shall be reported, for example, the particle density, shape or refractive index.

Furthermore, device-specific effects, for example, coincidence errors and counting efficiency, can reduce the measured particle concentration at the boundaries of a measuring range.

Optical particle spectrometers and optical particle counters, covering only the upper part of the sub 100 nm size range, are standardized in ISO 21501-1:2009<sup>[9]</sup> and in ISO 21501-4:2018<sup>[10]</sup>.

Laser diffraction in combination with static laser light scattering can be used to measure PSDs (not concentrations) from the nanoscale (depending on the optical properties and the absence of too many larger particles) up to hundreds of micrometres. It also allows the observation of the disagglomeration and is standardized in ISO 13320:2020<sup>[5]</sup>.

#### **6.5.5 Particle size distribution and other characteristic measurement parameters**

For conversion of a released particle number into a particle volume or mass, the PSD and the particle shape, porosity and density must be known. The calculation of an effective density of agglomerated particles is very difficult, because porosity, depending on structure parameters such as fractal dimensions must be determined. One method to determine the necessary structure parameters could be a scanning electron microscopy (SEM)/transmission electron microscopy (TEM) image analysis of uncoated (not sputtered) particles, which are sampled in parallel to the aerosol measurement. Compacted apparent density can give an estimate or a proof of calculation.

Particle shape, porosity and density can also be derived from a combination of a DMAS and an aerosol particle mass analyser (centrifuge).

Berdasarkan pengukuran PSD, volume keseluruhan dari pelepasan partikel  $V_n$ , dapat diestimasi dari jumlah  $n_i$ , dalam kelas ukuran  $i$ , menggunakan Rumus 5 untuk penjumlahan sampai batas atas ukuran partikel nano  $j$ :

$$V_n = c_{\text{shape}} \cdot \sum_0^j n_i \cdot V_{\text{particle},i} = c_{\text{shape}} \cdot \sum_0^j n_i \cdot x_i^3 \quad (5)$$

dengan

- $V_n$  volume keseluruhan partikel yang dilepaskan;
- $c_{\text{shape}}$  faktor bentuk partikel (independen dari ukuran partikel dan seringkali hanya diestimasi);
- $V_{\text{particle},i}$  volume partikel dalam setiap kenaikan ukuran;
- $x_i$  diameter partikel dalam setiap kenaikan ukuran.

Massa partikel yang dilepaskan,  $M_n$ , dikarenakan penanganan dari serbuk bongkahan dapat diestimasi menggunakan Rumus 6:

$$M_n = (1 - \varepsilon) \cdot \rho_s \cdot V_n \quad (6)$$

dengan

- $\rho_s$  kerapatan material padat dari partikel;
- $\varepsilon$  porositas partikel, diasumsikan konstan sebagai fungsi dari ukuran.

Rumus (6) menghasilkan massa partikel nano yang dilepaskan sesuai dengan massa serbuk bongkahan  $m$ . Meskipun terdapat kesalahan saat mengubah data pengukuran berbasis jumlah menjadi volume atau massa dari amplifikasi kesalahan yang dihasilkan dari pengkubikan diameter partikel pada Rumus (5), hal ini merupakan bagian yang kecil dibandingkan dengan besarnya kehilangan massa partikel  $\Delta m$  yang dipertimbangkan. Ketidakpastian yang tersisa harus dipertimbangkan dibandingkan dengan ketidakpekaan metode penentuan massa partikel yang utama, misalnya, penumbuk bertingkat.

Pengukuran lain selain jumlah partikel yang dilepaskan (misalnya luas permukaan yang dilepaskan) dapat berguna untuk mengetahui korelasi beberapa efek partikel terhadap kesehatan.

## **7 Persyaratan untuk pengaturan dan protokol pengujian**

Persyaratan dasar berikut untuk pengaturan dan protokol pengujian harus diperhatikan.

- a) Desain eksperimental sebaiknya mengikuti metodologi yang telah ditetapkan, lihat ISO/TR 22971:2005<sup>[12]</sup>.
- b) Tindakan pencegahan keselamatan yang memadai harus diterapkan untuk berbagai material nano yang diekspektasi.
- c) Metode pemilahan sampel yang diterima, seperti disebutkan di ISO 14488:2007<sup>[6]</sup>, sebaiknya digunakan.
- d) Pengaturan pengujian sebaiknya sesuai dengan tujuan studi yang direncanakan.

Based on the measured PSD, the overall volume of the released particles,  $V_n$ , can be estimated from the numbers  $n_i$  in the size classes  $i$ , using Formula (5) for summation up to the upper nanoparticle size limit  $j$ :

$$V_n = c_{\text{shape}} \cdot \sum_0^j n_i \cdot V_{\text{particle},i} = c_{\text{shape}} \cdot \sum_0^j n_i \cdot x_i^3 \quad (5)$$

where

- $V_n$  is the overall volume of released particles;
- $c_{\text{shape}}$  is the particle shape factor (independent from particle size and often only estimated);
- $V_{\text{particle},i}$  is the volume of particles in each size increment;
- $x_i$  is the diameter of the particle in each size increment.

The mass of the released particles,  $M_n$ , due to the handling of the bulk powder can be estimated using Formula (6):

$$M_n = (1 - \varepsilon) \cdot \rho_s \cdot V_n \quad (6)$$

where

- $\rho_s$  is the solid material density of the particles;
- $\varepsilon$  is the particle porosity, assumed to be constant as a function of size.

Formula (6) results in a mass of released nanoparticles corresponding to the mass of the handled powder bulk  $m$ . Although errors exist when converting number-based measurement data to volume or mass from error amplification resulting from cubing the particle diameter in Formula (5), this is a small part compared to the magnitudes of particle mass loss  $\Delta m$  considered. Remaining uncertainties shall be considered in comparison with the insensitivity of primarily particle mass determining methods, for example, cascade impactors.

Other measurements than released particle number (e.g. released surface area) can be useful for correlation to some effects of particles on health.

## 7 Requirements for test setups and protocols

The following basic requirements for test setups and protocols shall be regarded.

- a) Experimental design should follow established methodology, see ISO/TR 22971:2005<sup>[12]</sup>.
- b) Sufficient safety precautions shall be implemented for the range of expected nanomaterials.
- c) Accepted methods of sample splitting, such as those mentioned in ISO 14488:2007<sup>[6]</sup>, should be used.
- d) Test setups should match the objective of the planned studies.

- e) Protokol sebagai prosedur atau catatan tertulis harus mencakup:
- 1) karakteristik spesifik yang diinginkan dari pengujian;
  - 2) rencana untuk menentukan ketidakpastian pengukuran;
  - 3) reduksi data yang terdokumentasi.

## **8 Laporan pengujian**

Untuk kuantifikasi lengkap pelepasan objek nano termasuk situasi pelepasan partikel aerosol secara keseluruhan, hal-hal berikut ini harus dilaporkan:

- a) identifikasi sampel uji, sumber dan komposisi serbuk;
- b) metode penyimpanan serbuk dan kadar air serbuk;
- c) rincian metode pengujian dan kondisi pengujian (suhu dan kelembapan);
- d) kondisi yang tidak biasa selama pengujian;
- e) data mentah sebagai lampiran;
- f) diameter ekuivalen partikel batas bawah dari pengukuran aerosol sehubungan dengan kehilangan difusi dalam pengaturan pengujian, dan diameter batas atas sehubungan dengan sedimentasi dan pengendapan inersia;
- g) konsentrasi jumlah objek nano yang terukur (lebih kecil dari diameter ekuivalen yang berkaitan dengan dimensi geometris = 100 nm, sebagaimana didefinisikan di ISO/TS 80004-2:2015, lihat Pasal 6.5.4.3.2) serta waktu pengukuran dan laju alir volume udara yang melewati zona perlakuan dan, jika cocok, rasio pengenceran untuk penghitungan jumlah objek nano yang dilepaskan sesuai dengan Rumus (1);
- h) konsentrasi jumlah total yang diukur dalam seluruh rentang ukuran partikel dari perangkat pengukuran (misalnya <math><1\ \mu\text{m}</math>) untuk penghitungan konsentrasi jumlah partikel submikrometer yang dilepaskan yang serupa dengan konsentrasi objek nano pada g);
- i) konsentrasi jumlah total yang diukur dari CPC yang dioperasikan secara paralel untuk penghitungan jumlah partikel total serta dilepaskan serupa dengan yang ada di g);
- j) massa sampel yang diuji di zona perlakuan, yang dapat dihubungkan dengan jumlah objek nano yang dilepaskan dari g) (lihat Pasal 6.5.2) dan, jika berlaku, kehilangan massa sampel;
- k) acuan ke Standar ini, yaitu ISO/TS 12025:2021.

Data tambahan berikut ini sebaiknya dilaporkan:

- l) distribusi ukuran dengan metode kedua untuk partikel yang lebih besar hingga 10  $\mu\text{m}$ , dan data distribusi diameter ekuivalen berbasis massa tambahan jika tersedia, misalnya, dari penumbuk bertingkat;
- m) jika ada, estimasi volume dan massa objek nano yang dilepaskan sesuai dengan Rumus (5) dan Rumus (6);
- n) semua asumsi mengenai sifat-sifat material, seperti kerapatan, bentuk atau indeks bias partikel yang digunakan untuk menghitung satu diameter dari diameter lainnya dalam g) atau untuk menghitung volume atau massa dari diameter dalam l);

- e) Protocols as written procedures or records shall include:
  - 1) specific characteristics desired from the test;
  - 2) a plan to determine measurement uncertainty;
  - 3) documented data reduction.

## 8 Test report

For a complete quantification of the nano-object release including the whole aerosol particle release situation, the following shall be reported:

- a) identification of the test sample, the source and the composition of powder;
- b) the powder storage method and the powder moisture content;
- c) details of the testing method and the test conditions (temperature and humidity);
- d) any unusual conditions during the tests;
- e) raw data as an attachment;
- f) the lower limit particle equivalent diameter of the aerosol measurement with regard to diffusion losses within the test setup, and the upper limit diameter regarding sedimentation and inertial deposition;
- g) the measured number concentration of nano-objects (smaller than an equivalent diameter relating to a geometric dimension = 100 nm, as defined in ISO/TS 80004-2:2015, see 6.5.4.3.2) as well as the measurement time and the air volume flow rate through the treatment zone and, if appropriate, the dilution ratio for the calculation of the released nano-object number according to Formula (1);
- h) the measured total number concentration in the whole particle size range of the measurement device (e.g. <math><1\ \mu\text{m}</math>) for the calculation of the released sub-micrometre particle number concentration similar to the nano-objects concentration in g);
- i) the measured total number concentration of a parallel operated CPC for the calculation of the released total particle number similar to that in g);
- j) the tested sample mass in the treatment zone, to which the released nano-object number from g) can be related (see 6.5.2) and, if applicable, the sample mass loss;
- k) a reference to this Standard, i.e. ISO/TS 12025:2021.

The following additional data should be reported:

- l) the size distribution with a second method for larger particles from up to 10  $\mu\text{m}$ , and additional mass based equivalent diameter distribution data if available, for example, from a cascade impactor;
- m) if applicable, the estimated volume and mass of the released nano-objects in accordance with Formulae (5) and (6);
- n) all assumptions regarding material properties, such as the particle density, shape or refractive index used to calculate one diameter from another in g) or to calculate the volume or mass from the diameter in l);

## RSNI3 ISO/TS 12025:2021

- o) untuk studi keselamatan dan kesehatan kerja: fraksi massa yang dapat terespirasi, toraks dan dapat terhirup menurut EN 481:1993<sup>[15]</sup>.
- p) untuk studi lingkungan: PM<sub>2,5</sub> atau PM<sub>10</sub> sebagaimana didefinisikan dalam Pasal 3.2.6 dan Pasal 3.2.7.

Dari daftar ini, data minimum yang harus dilaporkan adalah g), h), i), dan j) berdasarkan tiga kali pengujian berulang untuk rentang ukuran yang ditentukan.

- o) for occupational, health and safety studies: the respirable, thoracic and inhalable mass fractions according to EN 481:1993<sup>[15]</sup>.
- p) for environmental studies: PM<sub>2,5</sub> or PM<sub>10</sub> as defined in 3.2.6 and 3.2.7, respectively.

From this list, the minimum data to report are g), h), i) and j) based on three repetitive tests for a defined size range.

## Lampiran A (informatif) Pertimbangan untuk pemilihan prosedur perlakuan sampel

### A.1 Metode uji acuan keberdebuhan

Pembentukan aerosol oleh kegiatan industri dapat merupakan hasil dari berbagai proses yang berbeda, dan tidak ada satu pun metode eksperimental yang dapat mensimulasikan semuanya. Tergantung pada serbuk dan tujuan pengujian yang dilakukan, maka perlu untuk memilih metode pembentukan yang paling baik mensimulasikan proses yang sedang diselidiki. Namun, metode pengujian yang luas dapat dipilih, seperti drum berputar atau uji jatuhan kontinu, ketika tujuan utama pengujian adalah untuk menentukan peringkat serbuk dalam hal tingkat keberdebuhan sehingga serbuk yang tidak terlalu berdebu dapat dipilih untuk tujuan manajemen risiko.

EN 17199-1<sup>[20]</sup> memberikan pilihan metode uji keberdebuhan di antara empat perangkat: drum berputar, drum kecil berputar, dan jatuhan kontinu untuk mensimulasikan skenario tempat kerja. Selain itu, *vortex shaker* dimaksudkan untuk mensimulasikan skenario terburuk dari proses penanganan dengan energi masukan tinggi ke serbuk.

Drum berputar, drum kecil berputar, dan metode jatuhan kontinu dimaksudkan untuk mensimulasikan proses penanganan, yang melibatkan proses penjatuhan material bongkahan berbentuk serbuk pada tahap tertentu. Drum berputar (besar dan kecil) dan metode jatuhan kontinu berbeda, bagaimanapun juga, dalam hal intensitas dan durasi penanganan material bongkahan. Selain itu, metode drum berputar menjatuhkan material bongkahan beberapa kali, sedangkan metode jatuhan kontinu menjatuhkan material bongkahan satu kali.

Drum kecil berputar dan metode *vortex shaker* membutuhkan jumlah material bongkahan yang lebih sedikit untuk pengujian (2 g hingga 6 g dan 0,5 ml per uji) dibandingkan dengan drum berputar dan metode jatuhan kontinu (35 ml dan 250 ml per uji).

Metode drum berputar, drum kecil berputar, dan *vortex shaker* adalah metode yang memberikan informasi perilaku waktu pelepasan jumlah partikel. Konsentrasi partikel yang dihasilkan oleh drum berputar, drum kecil berputar, dan *vortex shaker* bergantung pada waktu. Metode jatuhan kontinu dengan cepat menghasilkan konsentrasi partikel yang konstan setelah peningkatan tajam dalam jumlah partikel dan konsentrasi partikel yang dihasilkan tidak bergantung pada waktu.

Metode pengujian dalam seri EN 17199<sup>[20][21][22][23][24]</sup> sebaiknya memungkinkan perbandingan potensi pelepasan debu relatif dari serbuk.

### A.2 Metode pendispersian

Serbuk berstruktur nano memerlukan pertimbangan tambahan karena karakteristik serbuk yang spesifik, seperti, misalnya, luas permukaan spesifik, volume yang tinggi dan objek nano aerosol fisik. Beberapa kriteria pemilihan dan evaluasi yang diperlukan untuk metode pembentukan aerosol adalah:

- aliran volumetrik udara yang dapat disesuaikan;
- konsentrasi partikel yang dapat disesuaikan dengan menyesuaikan jumlah sampel yang dimasukkan ke dalam pengujian;



## Annex A (informative) Considerations for the selection of the sample treatment procedure

### A.1 Dustiness reference test methods

The generation of aerosols by industrial activities can be the result of a wide range of different processes, and no single experimental method can simulate all of these. Depending on the powder and the purpose of the testing being carried out, it is necessary to select a generation method that best simulates the process being investigated. However, a wide-ranging test method may be chosen, such as the rotating drum or the continuous drop test, when the main intent of the test is for the ranking of powders in terms of dustiness allowing those which are less dusty to be selected for risk management purposes.

EN 17199-1<sup>[20]</sup> provides the choice of a dustiness test method amongst four devices: the rotating drum, the small rotating drum and the continuous drop to simulate workplace scenarios. Additionally, the vortex shaker is intended to simulate worst-case scenarios of the handling process with a high energy input to the powder.

The rotating drum, small rotating drum and the continuous drop methods are intended to simulate handling processes, which involve dropping processes of powdery bulk material at some stage. The rotating drum (large and small) and the continuous drop methods differ, however, with respect to the intensity and the duration of treatment of the bulk material. In addition, the rotating drum method drops the bulk materials a number of times, while the continuous drop method drops the bulk material once.

The small rotating drum and the vortex shaker methods require smaller amounts of bulk materials for testing (2 g to 6 g and 0,5 ml per test) compared to the rotating drum and the continuous drop methods (35 ml and 250 ml per test).

The rotating drum, small rotating drum and vortex shaker methods are methods providing time behaviour information of particle number releases. The particle concentrations generated by the rotating drum, small rotating drum and vortex shaker are time-dependent. The continuous drop method rapidly generates a constant concentration of particles after a sharp increase in particle number and the particle concentrations generated are not time-dependent.

The test methods in the EN 17199<sup>[20][21][22][23][24]</sup> series should enable a comparison of the relative dust release potential of powders.

### A.2 Dispersing methods

Nanostructured powders require additional considerations because of specific powder characteristics, such as, for example, high volume specific surface area and nano-object aerosol physics. Some resulting necessary selection and evaluation criteria of aerosol generation methods are:

- adjustable volumetric flow of the air;
- adjustable particle concentration by adjusting the amount of sample introduced into the test;

- energi masukan disaglomerasi yang dapat disesuaikan dengan menyesuaikan, misalnya, akselerasi aerosol dalam nozel;
- independensi penyesuaian energi masukan dari aliran volumetrik dan konsentrasi partikel;
- agitasi dan aliran serbuk berulang versus konversi tunggal bagian serbuk menjadi aerosol;
- besarnya pelepasan tribo-elektrik.

Jika sampel lengkap teraerosolisasi dan diumpangkan ke zona disaglomerasi, maka jumlah objek nano yang dilepaskan dapat secara langsung dikaitkan dengan massa sampel. VDI 3491-3<sup>[25]</sup> menstandarkan lima realisasi teknis metode pendispersian, yang berbeda dalam hal pengukuran, pendispersian, dan status muatan aerosol. ISO/TR 19601<sup>[8]</sup> membandingkan kelebihan dan keterbatasannya.

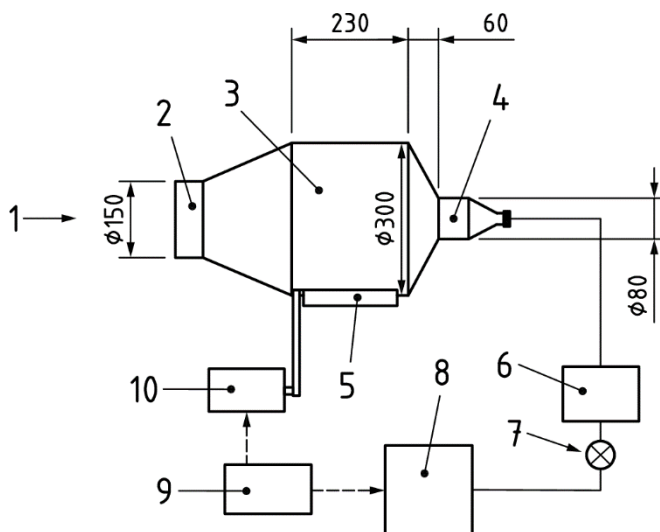
- adjustable disagglomeration energy input by adjusting, for example, aerosol acceleration in a nozzle;
- independency of energy input adjustment from volumetric flow and particle concentration;
- repeated powder agitation and flow versus singular conversion of powder portions to an aerosol;
- magnitude of tribo-electric charging.

If the complete sample is aerosolized and fed to the disagglomeration zone, then the nano-object number release can be directly related to sample mass. VDI 3491-3<sup>[25]</sup> standardizes five technical realizations of dispersing methods, differing in metering, dispersing and state of charge of the aerosol. ISO/TR 19601<sup>[8]</sup> compares their advantages and limitations.

**Lampiran B**  
(informatif)  
**Metode uji acuan keberdebuhan**

EN 15051-2:2013+A1:2016<sup>[18]</sup> mendefinisikan metode ini sebagai: "Metode drum berputar melibatkan jatuhnya sampel material secara kontinu dalam arus udara yang menampi secara horizontal dan lambat. Debu yang dilepaskan dari material yang dijatuhkan dialirkan melalui aliran udara ke bagian pengambilan sampel untuk dipisahkan secara aerodinamis menjadi tiga fraksi massa yang berhubungan dengan kesehatan (dapat terinspirasi, dapat terhirup, dan fraksi toraksik, dinyatakan dalam mg/kg) melalui proses elutriasi horizontal dan impaksi inersia dalam dua tahap busa logam berpori". Jumlah sampel yang diperlukan untuk uji adalah sekitar 35 cm<sup>3</sup>, yang sebaiknya ditimbang hingga 0,1 g terdekat. Metode drum berputar diilustrasikan pada Gambar B.1.

Dimensi dalam milimeter



**Keterangan gambar**

- |   |   |    |                       |
|---|---|----|-----------------------|
| 1 | aliran udara  | 6  | meteran aliran massa  |
| 2 | saluran masuk (penyaring pelindung)                                     | 7  | katup kendali         |
| 3 | bagian pembentukan debu (drum berputar)                                 | 8  | pompa                 |
| 4 | tahap pengumpulan debu (tahapan dan filter busa dengan ukuran selektif) | 9  | pengatur waktu        |
| 5 | pemutar   | 10 | motor yang digerakkan |

**CATATAN** Diadaptasi dari seri EN 15051<sup>[17][18][19]</sup>.

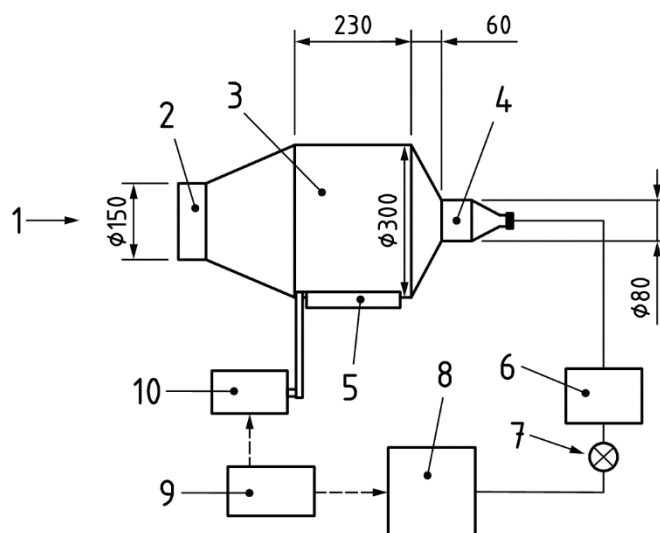
**Gambar B.1 — Metode drum berputar**

## Annex B (informative)

### Dustiness reference test methods

EN 15051-2:2013+A1:2016<sup>[18]</sup> defines this method as: “The rotating drum method involves the continuous multiple dropping of a sample of the material in a slow horizontal winnowing current of air. The dust released from dropping material is conducted by the airflow to a sampling section where it is separated aerodynamically into the three health-related mass fractions (respirable, inhalable and thoracic fractions, expressed in mg/kg) by a process of horizontal elutriation and inertial impaction in two stages of porous metal foam”. The amount of sample required for a test is about 35 cm<sup>3</sup>, which should be weighed to the nearest 0,1 g. The rotating drum method is illustrated in Figure B.1.

Dimensions in millimetres



#### Key

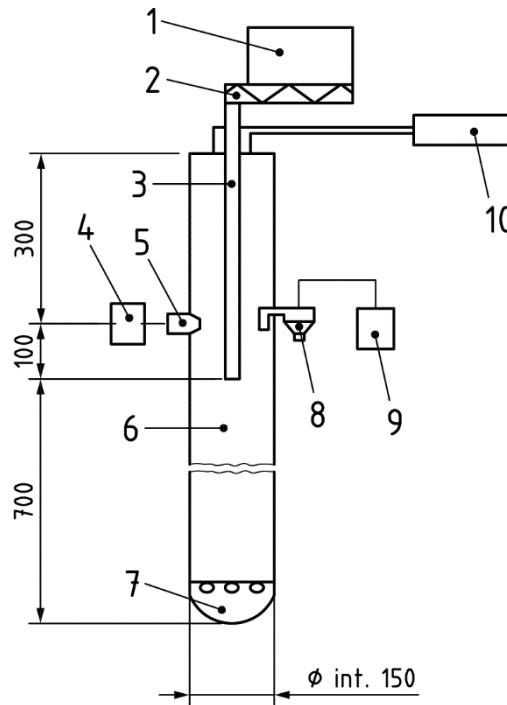
1	air flow	6	mass flow meter
2	inlet stage (protective filter)	7	control valve
3	dust generation section (rotating drum)	8	pump
4	dust collection stage (size-selective foam stages and filter)	9	timer
5	rollers	10	driven motor

**NOTE** Adapted from the EN 15051 series<sup>[17][18][19]</sup>.

**Figure B.1 — Rotating drum method**

Sebagai hasil dari pekerjaan pranormalisasi oleh Burdett dkk.<sup>[29]</sup>, disimpulkan bahwa metode drum berputar memiliki keuntungan karena dapat menangani berbagai macam material, termasuk butiran dan serpihan, dan metode ini mensimulasikan berbagai macam aktivitas di tempat kerja. Metode jatuhnya kontinu diilustrasikan pada Gambar B.2.

Dimensi dalam milimeter



**Keterangan gambar**

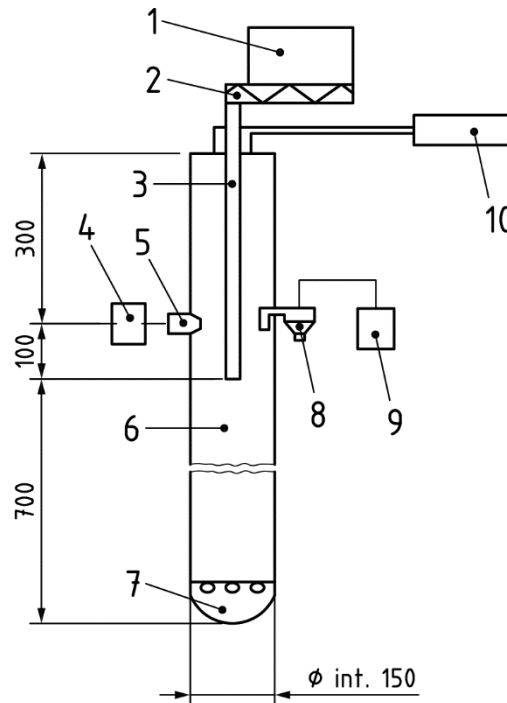
- |   |  |    |   |
|---|--|----|---|
| 1 | tangki sampel  | 6  | pipa aliran balik   |
| 2 | perangkat meteran  | 7  | tangki pengumpul  |
| 3 | pipa jatuhan   | 8  | kepala pengambilan sampel untuk fraksi aerosol yang dapat terespirasi |
| 4 | pompa pengambilan sampel fraksi aerosol yang dapat terhirup        | 9  | pompa pengambilan sampel fraksi aerosol yang dapat terespirasi        |
| 5 | kepala pengambilan sampel untuk fraksi aerosol yang dapat terhirup | 10 | pompa aliran utama  |

**CATATAN** Diadaptasi dari Referensi [47].

**Gambar B.2 — Metode jatuhnya kontinu**

As a result of the pre-normalization work by Burdett et al.<sup>[29]</sup>, it was concluded that the rotating drum method has the advantage that it can handle a very broad range of materials, including granules and flakes, and that it simulates a broad range of workplace activities. The continuous drop method is illustrated in Figure B.2.

Dimensi dalam milimeter



#### Key

1	sample tank	6	backflow pipe
2	metering device	7	collector tank
3	drop pipe	8	sampling head for the respirable aerosol fraction
4	pump for sampling the inhalable aerosol fraction	9	pump for sampling the respirable aerosol fraction
5	sampling head for the inhalable aerosol fraction	10	main flow pump

**NOTE** Adapted from Reference [47].

**Figure B.2 — Continuous drop method**

Karakterisasi keberdebuhan ganda dengan uji rotasi dan uji jatuhnya tunggal atau kontinu sebaiknya memberikan data untuk berbagai aktivitas yang lebih luas daripada masing-masing metode<sup>[30][43]</sup>.

Schneider dan Jensen<sup>[44]</sup> telah menunjukkan dengan menguji material nano, gelembung halus dan konvensional yang dimanufaktur dalam pendekatan ganda jatuhnya tunggal/drum berputar bahwa tingkat pembentukan debu berubah seiring waktu sejak dimulainya rotasi (agitasi). Beberapa material melepaskan sebagian besar debu dalam semburan awal yang singkat. Untuk beberapa material, laju pelepasannya menurun, untuk material lainnya tetap stabil, dan untuk material lainnya lagi meningkat seiring waktu sejak dimulainya rotasi<sup>[36][43]</sup>. Adanya berbagai jenis laju pelepasan partikel yang bergantung pada waktu menjelaskan sebagian alasan drum berputar dan metode jatuhnya tunggal/kontinu tidak dapat memberikan hasil yang sebanding untuk semua material (seperti yang juga didokumentasikan di EN 15051-3: 2013<sup>[19]</sup>).

Metode seri EN 15051<sup>[17][18][19]</sup> merupakan standar yang diterima untuk partikel berukuran mikrometer. Objek nano dan aglomerat serta agregatnya (NOAA) tidak dapat dikarakterisasi secara memadai berdasarkan fraksi massanya saja.

Berdasarkan hasil penelitian pranormatif<sup>[47]</sup>, seri EN 15051<sup>[17][18][19]</sup> menetapkan metode pengujian yang mengukur keberdebuhan dalam hal fraksi massa keberdebuhan yang berhubungan dengan kesehatan, indeks keberdebuhan berbasis jumlah, dan tingkat emisi berbasis jumlah. Seri ini juga memberikan panduan mengenai pilihan metode pengujian dari empat metode: drum berputar, jatuhnya kontinu, drum kecil berputar, dan *vortex shaker*.

Metode jatuhnya kontinu membentuk konsentrasi dan PSD yang stabil terhadap waktu dan oleh karena itu memungkinkan pengukuran dengan DMAS. Semua metode keberdebuhan lainnya memerlukan metode pengukuran dengan resolusi waktu yang tinggi, yaitu sekitar 1 s.



A dual dustiness characterization by rotation tests and single or continuous drop tests should provide data for a much broader range of activities than each method alone<sup>[30][43]</sup>.

Schneider and Jensen<sup>[44]</sup> have shown by testing manufactured nano-, ultrafine and conventional materials in their dual single drop/rotating drum approach that the dust generation rate changes with time since the start of the rotation (agitation). Some materials release most dust in a brief initial burst. For some the release rate decreases, for others it remains stable, and for yet others it increases with time since the start of the rotation<sup>[36][43]</sup>. The existence of different types of time-dependent rates of particle release explains in part why a rotating drum and a single/continuous drop method cannot give comparable results for all materials (as also documented in EN 15051-3:2013<sup>[19]</sup>).

The methods of the EN 15051 series<sup>[17][18][19]</sup> are accepted standards for micrometre-size particles. Nano-objects and their agglomerates and aggregates (NOAA) cannot be adequately characterized by their mass fraction only.

Based on the results of pre-normative research<sup>[47]</sup>, the EN 15051 series<sup>[17][18][19]</sup> establishes test methods that measure the dustiness in terms of health-related dustiness mass fraction, number-based dustiness index and number-based emission rate. It also gives guidance on the choice of a test method from four methods: the rotating drum, the continuous drop, the small rotating drum and the vortex shaker.

The continuous drop method generates a time-stable concentration and PSD and therefore allows measurement with a DMAS. All other dustiness methods require measurement methods with high time resolution of about 1 s.

**Lampiran C**  
(informatif)  
**Metode dinamis**

**C.1 Prinsip**

Desain sistem tertutup adalah aspek yang paling menguntungkan dari metode ini untuk pengujian substrat berbahaya.

Lampiran ini merupakan ringkasan dari metode yang dilaporkan oleh Boundy, Leith dan Polton<sup>[28]</sup>. Metode pengujian adalah proses dua langkah:

- serbuk diinjeksikan dengan pendispersi pneumatik ke dalam ruang;
- ruang tersebut diambil sampelnya dengan peralatan pengukur partikel.

Kedua langkah tersebut dikendalikan dengan pengatur waktu dan katup solenoid untuk mengendalikan waktu dan laju alir. Versi asli dikembangkan untuk mengukur fraksi debu yang dapat terespirasi. Saat ini, pekerjaan sedang dilakukan untuk mengadaptasi metode ini untuk karakterisasi objek nano.

## **Annex C** (informative) **Dynamic method**

### **C.1 Principle**

The closed system design is the most advantageous aspect of this method for tests of harmful substances.

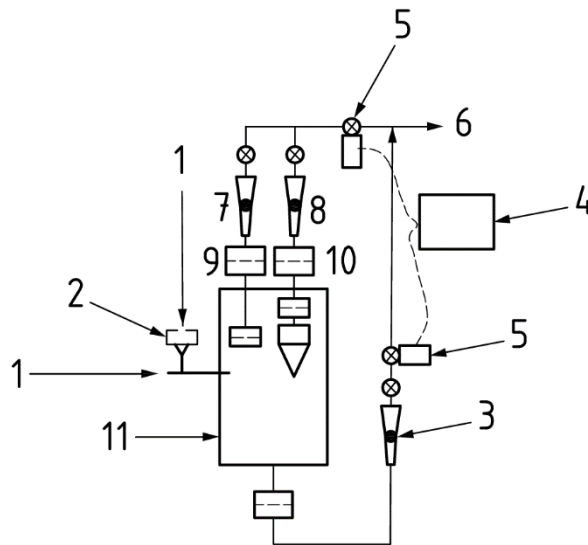
This annex is a summary of a method reported by Boundy, Leith and Polton<sup>[28]</sup>. The test method is a two-step process:

- the powder is injected with a pneumatic disperser into a chamber;
- the chamber is sampled with particle sizing equipment.

The two steps are controlled with timers and solenoid valves to control times and flow rates. The original version was developed to measure the respirable fraction of the dust. Currently, work is in progress to adapt the method to nano-object characterization.

C.2 Peralatan

Peralatan ditunjukkan dalam Gambar C.1



Keterangan gambar

- |   |  |    |                                 |
|---|--|----|---------------------------------|
| 1 | udara masuk                            | 7  | meteran aliran: 2,0 l/m         |
| 2 | injeksi serbuk                         | 8  | meteran aliran: 4,2 l/m         |
| 3 | meteran aliran: 53,8 l/m untuk pertama | 9  | total massa aerosol             |
| 4 | pengatur waktu                         | 10 | partikel yang dapat terespirasi |
| 5 | katup solenoid                         | 11 | ruang: 5,7 l tabung gelas       |
| 6 | sumber vakum                           |    |                                 |

CATATAN Diadaptasi dari Referensi [28]

**Gambar C.1 — Skema perangkat dinamis yang dikonfigurasi untuk mendapatkan sampel aerosol yang dapat terespirasi secara terintegrasi**

Peralatan dalam Referensi [28] dapat digambarkan sebagai pendekatan yang representatif. Dalam praktiknya, peralatan dapat dimodifikasi selama kinerja yang ekuivalen dapat ditunjukkan. Selain itu, instrumentasi untuk mengukur objek nano di udara dapat ditambahkan atau diganti dengan komponen yang ada pada peralatan yang ada.

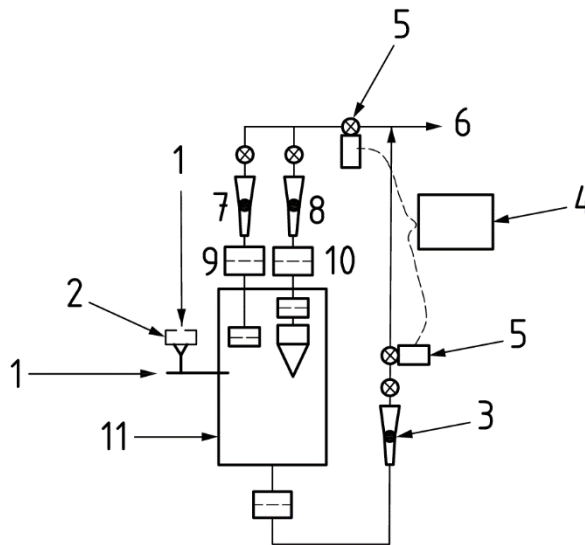
Ruang ini adalah tabung gelas 5,7 l yang dipilih untuk alasan transparansi, penumpukan muatan elektrostatis yang relatif rendah, dan biaya. Pelat aluminium datar dijepit pada mulut tabung untuk memberikan segel dan dukungan untuk peralatan pengambilan sampel aerosol. Sebuah lubang dibor di sisi tabung untuk memasang injektor serbuk.

Injektor serbuk terdiri dari:

- tabung baja tahan karat: panjang 10 cm, dengan diameter dalam 0,44 cm dan dibengkokkan pada sudut 90°;
- corong yang terpasang dengan tutup yang dapat dilepas;
- tabung sekunder yang lebih kecil.

## C.2 Equipment

The equipment is shown in Figure C.1.



### Key

1	air in	7	flow meter: 2,0 l/m
2	powder injector	8	flow meter: 4,2 l/m
3	flow meter: 53,8 l/m for the first 1,5 s	9	total aerosol mass
4	timer	10	respirable particles
5	solenoid valves	11	chamber: 5,7 l glass jar
6	vacuum source		

**NOTE** Adapted from Reference [28]

**Figure C.1 — Schematic of dynamic device configured to obtain integrated respirable aerosol samples**

The equipment in Reference [28] can be described as a representative approach. In practice, the equipment may be modified as long as equivalent performance can be demonstrated. Also, instrumentation to measure airborne nano-objects may be added or substituted for existing components in the existing apparatus.

The chamber is a 5,7 l glass jar selected for transparency, relatively low electrostatic charge build-up and cost. A flat aluminium plate is clamped on the mouth of the jar to provide a seal and support for aerosol sampling equipment. A hole is drilled in the side of the jar to mount a powder injector.

The powder injector consists of:

- a stainless steel tube: 10 cm long, with a 0,44 cm inside diameter and bent at a 90° angle;
- an attached funnel with a removable cap;
- a smaller secondary tube.

Corong berukuran panjang 1,0 cm dan diameter 1,4 cm, meruncing hingga 0,44 cm, dan dipasang pada salah satu ujung tabung primer. Bagian luar corong memiliki cincin-O untuk memungkinkan tutup dengan lubang 0,11 cm di tengah untuk menutup isi corong. Tabung sekunder dengan panjang 3 cm dan dengan diameter luar 0,19 cm dipasang ke tabung primer di dasar sudut kanan. Ujung pengaliran injektor serbuk dimasukkan melalui cincin-O pada lubang 5,0 mm yang berpusat di salah satu sisi tabung. Perangkat pengambilan sampel dipasang pada pelat aluminium.

Pada contoh yang diberikan dalam Referensi [29], siklon massa yang dapat terespirasi diikuti oleh kaset filter untuk mengumpulkan debu yang dapat terespirasi dan kaset filter dengan permukaan terbuka atau permukaan tertutup untuk mengumpulkan total debu yang tersuspensi ditampilkan. Ada dua saluran pembuangan. Satunya digunakan awalnya pada aliran 53,8 l/min selama 1,5 s dan yang kedua digunakan pada aliran yang lebih rendah untuk mengambil sampel dari tabung gelas. Aliran dialihkan oleh pengatur waktu (4) dan dua katup *solenoid* (5) digunakan untuk mengendalikan aliran.

### **C.3 Prosedur**

Ikuti langkah-langkah berikut ini.

- a) Peralatan disiapkan dengan membersihkan dan menempatkan filter yang sudah ditara di tempat filter.
- b) Serbuk kering ( $5,0 \pm 0,1$ ) mg dimasukkan ke dalam corong dan tutupnya ditutup rapat.
- c) Pengatur waktu diaktifkan sehingga debu tersedot ke dalam tabung selama 1,5 s dan kemudian tabung diambil sampelnya selama 4 min.
- d) Filter diambil kembali dan ditimbang ulang.
- e) Persentase debu yang dapat terespirasi ditentukan oleh rasio konsentrasi debu yang dapat terespirasi dibagi dengan total konsentrasi debu yang tersuspensi.

**CATATAN** Jika peralatan dimodifikasi dengan sistem pengukuran objek nano, jumlah objek nano akan dihitung.

### **C.4 Diskusi**

Dalam Referensi [40], metode ini ditemukan memiliki keberulangan eksperimental yang baik dalam pengujian duplikat untuk masing-masing debu dan keberulangan yang baik antara peralatan yang identik. Namun, untuk menerapkan metode ini pada pengujian objek nano, diperlukan instrumen yang berbeda yang disesuaikan dengan metode yang dijelaskan dalam lampiran ini. Instrumen ini dapat mencakup tumbukan kaskade tekanan rendah, dan analisis mobilitas diferensial dengan penginderaan partikel inti elektrik atau kondensasi.

Sekitar 25 material halus dan berskala nano diuji berdasarkan massa (dalam bentuk ulangan). Pengujian tersebut menghasilkan rentang sekitar dua kali lipat untuk massa total dan massa yang dapat terespirasi, lihat VDI 3867-5<sup>[25]</sup>.

Keuntungan dari metode ini adalah sebagai berikut:

- jumlah material yang digunakan sedikit, biasanya 5 mg;
- pengujiannya cepat dan dapat dilakukan dalam beberapa menit;
- peralatannya ringkas dan dapat diisolasi untuk material toksik;
- metode ini energetik dan memiliki penyebaran yang lengkap tanpa menggiling material.

The funnel measures 1,0 cm in length and 1,4 cm in diameter, tapering to 0,44 cm, and is attached to one end of the primary tube. The exterior of the funnel holds an O-ring to allow a cap with a central 0,11 cm hole to seal the contents of the funnel. A secondary tube 3 cm long and with a 0,19 cm outside diameter is attached to the primary tube at the base of the right angle. The delivery end of the powder injector is inserted through an O-ring in a 5,0 mm hole centred on one side of the jar. Sampling devices are attached to the aluminium plate.

In the example given in Reference [29], a respirable mass cyclone followed by a filter cassette to collect respirable dust and either an open-face or a closed-face filter cassette to collect total suspended dust is shown. There are two exhaust lines. One is used initially at a flow of 53,8 l/min for 1,5 s and the second is used at a lower flow to sample from the glass jar. The flow is switched by a timer (4) and two solenoid valves (5) are used to control the flow.

### C.3 Procedure

The following steps are followed.

- a) The equipment is prepared by cleaning and placing tared filters in the filter holders.
- b) Dry powder ( $5,0 \pm 0,1$ ) mg is placed in the funnel and the cap sealed.
- c) The timer is activated causing the dust to be sucked into the jar for 1,5 s and then the jar is sampled for 4 min.
- d) The filters are recovered and reweighed.
- e) The percentage of respirable dust is determined by the ratio of the respirable dust concentration divided by the total dust suspended concentration.

**NOTE** If the equipment was modified with a nano-object measuring system, the amount of nano-objects would be calculated.

### C.4 Discussion

In Reference [40], the method was found to have good experimental repeatability within duplicate tests for individual dusts and good repeatability between identical apparatus. However, to apply to nano-object testing the method, would need to have different instruments adapted to the method than described in this annex. These instruments can include low pressure cascade impaction, and differential mobility analysis with either electrical or condensation nuclei particle sensing.

About 25 fine and nanoscale materials were tested on a mass basis (in replicate). The tests resulted in a span of about two orders of magnitude for both total and respirable mass, see VDI 3867-5<sup>[25]</sup>.

The advantages of the method are as follows:

- a small quantity of material is used, typically 5 mg;
- the test is rapid and can be conducted in a few minutes;
- the equipment is compact and could be isolated for toxic materials;
- the method is energetic and has a complete dissemination without milling the material.

Metode pemisahan sampel yang diterima sebaiknya digunakan, lihat ISO 14488:2007<sup>[6]</sup>.

Keterbatasan metode ini adalah sebagai berikut:

- Material nano dengan distribusi ukuran yang sangat lebar dapat mengandung partikel kasar yang dapat menyumbat sistem injeksi debu.

**CATATAN** Situasi ini tidak terjadi pada banyak uji dengan debu kasar maupun debu halus. Namun demikian, material nano dengan fraksi yang sangat kasar perlu disaring dengan saringan 200 mesh sebagai persiapan uji.

- Untuk pengukuran objek nano, instrumen yang merespons cepat perlu digunakan untuk mengkarakterisasi konsentrasi peluruhan. Alternatifnya adalah dengan menggunakan alat sampling aerosol seperti penumbuk tekanan rendah yang akan berintegrasi dengan pulsa (*pulse*).
- Mungkin sulit untuk menyesuaikan peralatan dengan kondisi yang secara langsung mensimulasikan penanganan debu industri. Metode ini dapat memberikan hasil yang konservatif, misalnya, memberikan faktor keselamatan. Oleh karena itu, debu acuan terkadang perlu digunakan untuk membandingkan dengan metode lain. Hingga saat ini, belum ada contoh debu acuan yang dipublikasikan.



Accepted methods of sample splitting should be used, see ISO 14488:2007<sup>[6]</sup>.

The limitations of the method are as follows:

- Nanomaterials with very wide size distributions can contain coarse particles that can clog the dust injection system.

**NOTE** This situation has not occurred in many tests with coarse as well as fine dusts. However, nanomaterials with very coarse fraction need to be screened with a 200 mesh screen in preparation for the test.

- For nano-object measurement, fast responding instruments need to be employed to characterize the decaying concentration. An alternative is to use an aerosol sampler such as a low pressure impactor that will integrate over the pulse.
- It can be difficult to adjust the equipment for conditions to directly simulate industrial dust handling. The method can yield a conservative result, for example, provide a safety factor. Therefore, a reference dust sometimes needs to be used to compare with other methods. Until now, no example for such a reference dust has been published.

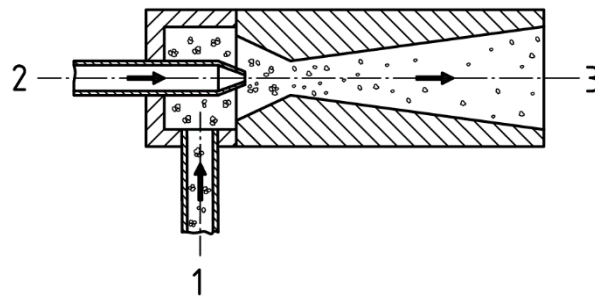
## Lampiran D (informatif) Metode pendispersian

Pembentukan aerosol menghasilkan tekanan pendispersian tertentu pada partikel. Contohnya adalah dampak dari aglomerat besar dalam pipa yang jatuh ke bawah atau dalam drum berputar (lihat Lampiran B). Prinsip-prinsip teknik pendispersian lainnya dengan energi masukan yang dapat disesuaikan dan dengan korelasi yang kuat antara intensitas, konsentrasi, dan laju alir dijelaskan dalam Referensi [30] dan Referensi [41].

VDI 3491-3<sup>[25]</sup> menstandarkan lima realisasi teknis metode pendispersian, yang berbeda dalam hal pengukuran, pendispersian, dan status muatan aerosol. Contohnya adalah generator sikat berputar, atau pengukuran dengan bantuan sabuk tersegmentasi atau dosis dengan menggunakan sifat material bongkahan.

ISO/TR 19601<sup>[8]</sup> membandingkan keunggulan dan keterbatasan dari lima perangkat pendispersian ini.

Gambar D.1 menunjukkan skema umum nozel ejektor, yang digunakan dengan beberapa modifikasi di banyak unit dispersi. Nozel semacam itu tidak akan mentolerir tekanan balik dan sulit untuk menambahkan siklon *scalping* atau penumbuk. Namun, efek Venturi menciptakan sumber vakum yang sering digunakan untuk memasukkan partikel. Perangkat pada Gambar D.1 beroperasi dengan menciptakan gaya geser dengan memasukkan energi ke dalam proses melalui aliran udara.



### Keterangan gambar

- 1 aliran udara sarat partikel yang masuk
- 2 aliran udara bersih yang masuk
- 3 aliran partikel terdisaglomerasi

**Gambar D.1 — Skema pendispersian nozel**

Modifikasi nozel skematik ini distandarisasi di ISO 5011:2020<sup>[2]</sup> sebagai "injektor debu ISO" dan digunakan pada sebagian besar jenis generator aerosol uji di VDI 3491-3<sup>[25]</sup>.

Untuk mensimulasikan kebocoran, misalnya, dalam produksi partikel nano bertekanan atau jalur transportasi, lubang kritis dapat digunakan<sup>[46]</sup>.

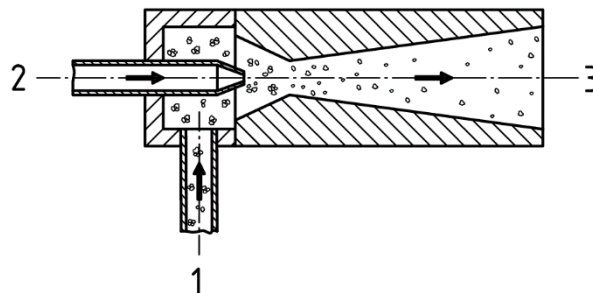
## Annex D (informative) Dispersing method

The generation of aerosols results in a specific dispersing stress on the particles. Examples are the impact of large agglomerates in a down fall pipe or in a rotating drum (see Annex B). The principles of other dispersing techniques with adjustable energy input and with a strong correlation of intensity, concentration and flow rate are described in References [30] and [41].

VDI 3491-3<sup>[25]</sup> standardizes five technical realizations of dispersing methods, differing in metering, dispersing and state of charge of the aerosol. Examples are the rotating brush generator, or metering with the aid of a segmented belt or dosage by means of bulk material properties.

ISO/TR 19601<sup>[8]</sup> compares the advantages and limitations of these five dispersing devices.

Figure D.1 represents a general schematic of an ejector nozzle, which is used with several modifications in a lot of dispersion units. Such nozzles will not tolerate a back pressure and it is difficult to add a scalping cyclone or an impactor. However, the Venturi effect creates a source of vacuum often used to introduce particles. The device in Figure D.1 operates by creating shear forces by introducing energy to the process by air flow.



### Key

- 1 incoming flow particle-laden air
- 2 incoming flow clean air
- 3 disagglomerated particle flow

**Figure D.1 — Schematic of dispersing nozzle**

A modification of this schematic nozzle is standardized in ISO 5011:2020<sup>[2]</sup> as a so-called “ISO dust injector” and is used in most types of test aerosol generators in VDI 3491-3<sup>[25]</sup>.

To simulate a leak, for example, in a pressurized nanoparticle production or transport line, a critical orifice can be used<sup>[46]</sup>.

Pelepasan dan paparan objek nano terhubung satu sama lain melalui proses transportasi dan transformasi dan oleh karena itu memerlukan deskripsi/spesifikasi skenario paparan yang kompleks. Dalam penelitian yang diterbitkan pada tahun 2017<sup>[33]</sup>, pemodelan propagasi berdasarkan data pelepasan partikel yang ditentukan secara eksperimental sesuai dengan Standar ini digunakan untuk estimasi dan prediksi paparan dalam ruang model yang ditentukan.

Metodologi pengukuran yang diberikan dalam Pasal 6.5 telah diadopsi untuk penentuan pelepasan objek nano yang disimulasikan secara eksperimental dari cat, pernis, dan plastik berpigmen, lihat ISO 21683<sup>[11]</sup>, untuk menyelesaikan analisis siklus hidup material nano tersebut.

Release and exposure of nano-objects were connected to each other by transport and transformation processes and require, therefore, the description/specification of complex exposure scenarios. Within a 2017 published study<sup>[33]</sup>, propagation modelling based on experimentally determined particle release data in accordance with this Standard was used for exposure estimation and prediction in a defined model room.

The measurement methodology given in 6.5 has been adopted for the determination of experimentally simulated nano-object release from paints, varnishes and pigmented plastic, see ISO 21683[11], to complete the life cycle analysis of such nanomaterials.

## Lampiran E (informatif) Pemilihan metode pengukuran objek nano

### E.1 Metode dan parameter kinerja perangkat pengukuran aerosol aktual

Metode pengukuran aerosol untuk pengukuran objek nano dan untuk partikel yang lebih besar dijelaskan dalam Pasal 6.5.1. Pemilihan metode pengukuran tergantung pada parameter kinerja, yang dapat ditemukan pada Tabel 2 dan Tabel F.1 untuk perangkat pengukuran aerosol yang aktual. Misalnya, tegangan tarik terjadi pada klasifikasi aerodinamis atau zona pemfokusan dan dapat mengubah ukuran aglomerat yang akan diukur secara signifikan<sup>[42]</sup>.

Perangkat pengukuran aerosol untuk pengukuran objek nano dan untuk partikel yang lebih besar dapat dibagi lagi menjadi CPC, DMAS, spektrometer partikel mobilitas berbasis elektrometer, spektrometer aerosol hamburan cahaya, pencacah partikel optik, spektrometer aerodinamis, dan perangkat pengukuran konsentrasi massa dengan diameter aerodinamis yang lebih besar (misalnya PM<sub>2,5</sub>, PM<sub>10</sub>).

Metode pengukuran aerosol dijelaskan secara rinci oleh Kulkarni dan Baron<sup>[38]</sup>.

Komponen dasar DMAS distandardisasi di ISO 15900:2009<sup>[7]</sup> dan ISO 27891:2015<sup>[14]</sup>. Prasyarat untuk pengukuran yang akurat dengan DMAS adalah waktu minimal 30 s dengan konsentrasi partikel dan distribusi ukuran yang konstan untuk distribusi ukuran polidispersi (3 min untuk monodispersi).

Untuk metode dinamis, resolusi waktu hingga 1 s dapat dicapai dengan spektrometer partikel mobilitas berbasis elektrometer, yang terdiri atas klasifikasi mobilitas listrik dan pengukuran konsentrasi secara simultan dengan beberapa elektrometer. Laju alir volumetrik minimum 10 l·min<sup>-1</sup> pada saluran masuk diperlukan, yang dapat mendisaglomerasi partikel berstruktur nano setelah aerosolisasi energi rendah dan prosedur disaglomerasi sebelumnya.

ELPI 13 tahap telah distandardisasi di VDI 3867-6<sup>[27]</sup>. Keuntungan utamanya adalah pengukuran langsung diameter aerodinamis, yang dapat dikombinasikan dengan penentuan fraksi yang relevan dengan kesehatan seperti fraksi yang dapat terespirasi dalam skala mikrometer. Elektrometer ini memungkinkan resolusi waktu 1 s dan oleh karena itu dapat digabungkan dengan metode yang tidak kontinu. Klasifikasi aerodinamis membutuhkan rentang hingga kecepatan tinggi dalam nozel akselerasi, yang menyiratkan tegangan geser, lihat Lampiran F.

Menurut sebuah studi eksperimental<sup>[31]</sup>, kerapatan partikel di udara dan aglomerat jika tidak diketahui dan ditetapkan ke 1 mg/m<sup>3</sup> dapat memiliki pengaruh yang signifikan terhadap konsentrasi jumlah partikel yang diukur. Namun, kerapatan akan memiliki pengaruh yang kecil terhadap distribusi ukuran aerosol.

Levin dkk.<sup>[40]</sup> menunjukkan bahwa ELPI dan *scanning mobility particle sizer* (SMPS) menunjukkan kesesuaian yang baik dengan menggunakan tetesan minyak berbentuk bola, baik dari segi diameter rata-rata geometris (GMD) dan konsentrasi jumlah dalam rentang ukuran dari 50 nm hingga 850 nm. SMPS dan ELPI juga sepakat dengan CPC dalam hal jumlah konsentrasi total. FMPS juga setuju dengan instrumen lain untuk distribusi dengan GMD <200 nm. Namun, untuk PSD dengan GMD lebih tinggi dari ~200 nm, baik ukuran partikel maupun konsentrasinya tidak dapat diukur dengan baik menggunakan FMPS.

## Annex E (informative) Selection of the nano-object measuring method

### E.1 Methods and performance parameters of actual aerosol measurement devices

Aerosol measurement methods for nano-object measurement and for larger concomitant particles are explained in 6.5.1. The selection of the measurement method depends on performance parameters, which can be found in Tables 2 and F.1 for actual aerosol measurement devices. For instance, tensile stress occurs at aerodynamic classification or focusing zones and can change the agglomerate size to be measured significantly<sup>[42]</sup>.

Aerosol measurement devices for nano-object measurement and for larger particles can be subdivided into CPC, DMAS, electrometer-based mobility particle spectrometer, light scattering aerosol spectrometer, optical particle counter, aerodynamic spectrometer and measurement devices for mass concentration of larger specified aerodynamic diameters (e.g. PM<sub>2.5</sub>, PM<sub>10</sub>).

Aerosol measurement methods are described in detail by Kulkarni and Baron<sup>[38]</sup>.

Basic components of the DMAS are standardized in ISO 15900:2009<sup>[7]</sup> and ISO 27891:2015<sup>[14]</sup>. A precondition for accurate measurement with a DMAS is a time of minimum 30 s with constant particle concentration and size distribution for polydispersed size distribution (3 min for monodispersed).

For dynamic methods, up to 1 s time resolution can be achieved with an electrometer-based mobility particle spectrometer, consisting of electrical mobility classification and simultaneous concentration measurement with several electrometers. A minimum volumetric flow rate of 10 l·min<sup>-1</sup> at the inlet is required, which could disagglomerate nanostructured particles after a low energy aerosolization and a disagglomeration procedure before.

A 13-stage ELPI has been standardized in VDI 3867-6<sup>[27]</sup>. Its main advantage is the direct measurement of the aerodynamic diameter, which can be combined with the determination of health-relevant fractions such as respirable fraction in the micrometre scale. The electrometer allows 1 s time resolution and therefore coupling to non-continuous methods. The aerodynamic classification needs a range up to high velocity in acceleration nozzles, which implies shear stress, see Annex F.

According to an experimental study<sup>[31]</sup>, the density of the airborne particles and agglomerates if unknown and defaulted to 1 mg/m<sup>3</sup> can have a significant influence on the measured particle number concentrations. However, the density will have little effect on the size distribution of an aerosol.

Levin et al.<sup>[40]</sup> showed that the ELPI and the scanning mobility particle sizer (SMPS) agreed well using spherical oil droplets, both in terms of geometric mean diameter (GMD) and number concentration within the size range from 50 nm to 850 nm. SMPS and ELPI also agreed well with the CPC in terms of total number concentration. The FMPS agreed well with the other instruments for distributions with a GMD of <200 nm. However, for PSDs with a GMD higher than ~200 nm, neither the particle size nor concentration can properly be measured using the FMPS.

Penelitian pranormatif CEN (pengukuran keberdebuhan material nano bongkahan) menunjukkan bahwa distribusi ukuran berbasis jumlah yang diperoleh dengan pengukur partikel aerodinamis (APS) dan ELPI+ untuk partikel nano TiO<sub>2</sub> dan BaSO<sub>4</sub> dengan menggunakan metode jatuhan kontinu memberikan tingkat kepercayaan yang baik pada distribusi ukuran yang terukur<sup>[48]</sup>.

Tabel E.1 merangkum parameter kinerja praktis untuk metode pengukuran aerosol lainnya sebagai perbandingan dengan metode dan parameter yang telah dicakup dalam Tabel 3.

Spektrometer waktu penerbangan telah distandardisasi di VDI 3867-5<sup>[26]</sup>.

**Tabel E.1 — Kinerja tipikal untuk melengkapi perangkat aerosol lainnya**

Instrumen	Hasil	Ukuran partikel nm	Konsentrasi partikel cm <sup>-3</sup>	Mode operasi	Laju alir l/min	Tegangan
Hamburan cahaya spektrometer (sensitivitas tinggi)	PSD ( $x_{sca}$ )	90 hingga 20.000 (60 hingga 1.000)	0,01 hingga $1 \times 10^5$ (0 hingga $1,8 \times 10^4$ )	kontinu	0,01 hingga 0,1	pemfokusan aerodinamis
Pencacah partikel optik	Jumlah konsentrasi pada beberapa kelas	50 hingga 10.000	0 hingga $1 \times 10^5$	kontinu	0,03 hingga 3	pemfokusan aerodinamis
Spektrometer aerodinamis (waktu dari spektrometer cahaya)	PSD ( $x_{aero}$ )	370 hingga 20.000	0,001 hingga $1 \times 10^4$	kontinu (1 s hingga 18 s)	1,0 hingga 5,0	akselerasi aerodinamis
Perangkat pengumpul berdasarkan filtrasi	Konsentrasi massa lebih kecil dari diameter aerodinamis spesifik (misalnya PM <sub>2,5</sub> , PM <sub>10</sub> )	<30.000	—	tidak kontinu	10 hingga 2.000	defleksi aerosol

**E.2 Pengaruh prinsip pengukuran instrumen pada diameter ekuivalen**

Nilai ukuran partikel yang terukur berbeda bila metode pengukurannya berbeda. Diameter aerodinamis adalah diameter partikel ekuivalen yang paling relevan untuk pemaparan inhalasi dalam rentang ukuran di atas ~100 nm. Oleh karena itu, sebaiknya ukuran diukur dengan metode aerodinamis atau dikonversi ke diameter aerodinamis ketika ukuran diperoleh dalam bentuk lain seperti diameter mobilitas atau ekuivalen optik.

**CATATAN** Diameter aerodinamis adalah diameter bulatan dengan kerapatan 1.000 kg/m<sup>3</sup> yang memiliki kecepatan pengendapan yang sama dengan partikel tak beraturan. Diameter ekuivalen mobilitas listrik dapat dihitung dari kecepatan migrasi yang bergantung pada kekuatan medan listrik, mobilitas mekanik, dan jumlah muatan per partikel. Diameter ekuivalen optik dapat ditentukan dari intensitas cahaya yang tersebar dari suatu instrumen, yang dikalibrasi, misalnya, dengan bulatan polistirena.



The CEN pre-normative research (measurement of dustiness of bulk nanomaterials) showed that the number-based size distributions obtained with the aerodynamic particle sizer (APS) and ELPI+ for TiO<sub>2</sub> and BaSO<sub>4</sub> nanoparticles using the continuous drop method provided a good level of confidence in the measured size distributions<sup>[48]</sup>.

Table E.1 summarizes practical performance parameters for other aerosol measurement methods for comparison to the methods and parameters already covered in Table 3.

Time-of-flight spectrometers have been standardized in VDI 3867-5<sup>[26]</sup>.

**Table E.1 — Typical performance of complementing other aerosol devices**

Instrument	Result	Particle size nm	Particle concentration cm <sup>-3</sup>	Operation mode	Flow rate l/min	Stress
Light scattering aerosol spectrometer (high sensitivity)	PSD ( $x_{sca}$ )	90 to 20.000 (60 to 1.000)	0,01 to $1 \times 10^5$ (0 to $1,8 \times 10^4$ )	continuous	0,01 to 0,1	aerodynamic focusing
Optical particle counter	Number concentration in few classes	50 to 10.000	0 to $1 \times 10^5$	continuous	0,03 to 3	aerodynamic focusing
Aerodynamic spectrometer (time-of-flight spectrometer)	PSD ( $x_{aero}$ )	370 to 20.000	0,001 to $1 \times 10^4$	continuous (1 s to 18 s)	1,0 to 5,0	aerodynamic acceleration
Filtration-based collection device	Mass concentration smaller than specified aerodynamic diameters (e.g. PM <sub>2,5</sub> , PM <sub>10</sub> )	<30.000	—	non-continuous	10 to 2.000	aerosol deflection

## E.2 Influence of instrument measuring principle on equivalent diameter

The measured value of particle size differs when the measurement method is different. Aerodynamic diameter is the most relevant equivalent particle diameter for inhalation exposure in the size range above ~100 nm. Therefore, it is preferred that sizes are measured by aerodynamic methods or are converted to aerodynamic diameter when sizes are obtained in other forms such as mobility- or optical-equivalent diameters.

**NOTE** Aerodynamic diameter is the diameter of a sphere of density 1.000 kg/m<sup>3</sup> that has the same settling velocity as the irregular particle. Electrical mobility equivalent diameter can be calculated from the migration velocity dependent on the strength of the electrical field, the mechanical mobility and the number of charges per particle. Optical equivalent diameter can be determined from the scattered light intensity of an instrument, calibrated, for example, with polystyrene spheres.

Sebagai contoh, bulatan polistirena berdiameter 100 nm dengan kerapatan sekitar 1.000 kg/m<sup>3</sup> mewakili batas atas untuk definisi partikel nano serta definisi partikel ultrahalus yang membahas diameter ekuivalen aerodinamis atau mobilitas. Partikel berpori memiliki diameter ekuivalen optik dan aerodinamis yang lebih kecil daripada partikel tidak berpori. Partikel tidak berpori dengan kerapatan yang lebih tinggi daripada polistirena memiliki diameter ekuivalen aerodinamis yang lebih besar.

For example, a polystyrene sphere of 100 nm diameter with a density of about 1.000 kg/m<sup>3</sup> represents the upper limit for the nanoparticle definition as well as for the ultrafine particle definition that addresses aerodynamic or mobility equivalent diameters. Porous particles have smaller equivalent optical and aerodynamic diameters than non-porous particles. Non-porous particles with higher density than polystyrene have larger aerodynamic equivalent diameters.

**Lampiran F**  
(informatif)  
**Intensitas dispersi kering pada perangkat pengukuran**

Kuantifikasi pelepasan partikel nano selama dispersi kering yang lemah dan intens dari serbuk berstruktur nano membutuhkan deskripsi intensitas dispersi selama perlakuan serbuk, dengan kecepatan relatif maksimum antara partikel dan aliran udara dapat diidentifikasi secara teoritis maupun eksperimental sebagai parameter yang menentukan untuk menggambarkan dispersi serbuk kering<sup>[34]</sup>. Hal ini disebabkan oleh tegangan tarik yang disebabkan oleh akselerasi partikel, yang mendominasi dispersi aglomerat submikrometer dalam aliran udara. Efek ini telah diselidiki dalam berbagai penelitian<sup>[32][45]</sup>.

Selain itu, pertimbangan mengenai tekanan pada partikel/aglomerat dalam instrumen pengukuran aerosol yang umum telah dilakukan<sup>[34]</sup>. Ditemukan bahwa instrumen pengukur yang canggih untuk rentang ukuran nanometer seperti DMAS juga dapat menunjukkan kecepatan relatif yang tinggi antara partikel dan aliran udara (lihat Tabel F.1). Beberapa material berstruktur nano dapat melepaskan aglomerat yang tidak stabil secara mekanis di bawah prosedur dispersi kering yang lemah, yang dapat mengalami dispersi pasca di dalam instrumen pengukuran. Hal ini telah ditunjukkan, misalnya, untuk serbuk uji filter<sup>[34]</sup> dan juga untuk serium dioksida, titanium dioksida, titanium oksida, zirkonium oksida, dan aluminium oksida<sup>[46]</sup>.

**Tabel F.1 — Estimasi kecepatan relatif maksimum dalam instrumen pengukuran aerosol yang umum digunakan**

Instrumen	Zona kritisal	Laju alir sampel volumetrik l/min	Diameter dalam mm	Kecepatan relatif maksimum m/s
CPC	Bengkok	0,3	4,5	≈0,3
APS	Nozel akselerasi bertahap	1,0 to 5,0	0,81 hingga 1,04	≈60
DMAS	Saluran masuk penumbuk	0,3	4,5 hingga 0,71 4,5 hingga 0,46	≈12,3 ≈30,2
Spektrometer mobilitas partikel berdasarkan elektrometer FMPS, EEPS	Saluran masuk siklon	10	0,7	≈12
ELPI/ELPI+	Nozel	10	0,3	119

ELPI 13 tahap menerapkan berbagai tegangan geser, dimulai dengan kecepatan udara 2,9 m/s pada nozel terbesar untuk klasifikasi aerodinamis sekitar 10 µm hingga 119 m/s pada tahap terkecil untuk ukuran yang lebih kecil dari 100 nm. Metode pendispersian terkuat berlaku hingga 100 m/s, yang tidak termasuk pengukuran aglomerat yang tidak stabil.

Untuk memeriksa distorsi tegangan yang tidak diketahui dalam perangkat pengukuran terhadap hasil pengujian, tegangan dalam prosedur aerosolisasi dan disaglomerasi sebaiknya divariasikan dalam langkah-langkah kecil. Jika perubahan tekanan menghasilkan perubahan ukuran dan konsentrasi partikel, dapat diasumsikan bahwa tekanan pada perangkat pengukuran bukan merupakan faktor dominan yang mengganggu pengukuran.

**Annex F**  
(informative)  
**Dry dispersion intensity in measuring devices**

Nanoparticle release quantification during weak and intense dry dispersion of nanostructured powders requires the description of dispersion intensities during powder treatment, where the maximum relative velocity between particle and air flow can be identified theoretically as well as experimentally as the decisive parameter to describe dry powder dispersion<sup>[34]</sup>. This is attributed to the tensile stresses caused by particle acceleration, which dominates the dispersion of sub-micrometre agglomerates in air flows. This effect has been investigated in different studies<sup>[32][45]</sup>.

Additionally, a consideration concerning the stress on particles/agglomerates within common aerosol measurement instruments has been performed<sup>[34]</sup>. It was found that state-of-the-art sizing instruments for the nanometre size range such as a DMAS can also exhibit high relative velocity between particle and air flow (see Table F.1). Some nanostructured materials can release mechanically instable agglomerates under weak dry dispersion procedures, which can undergo a post dispersion within the measurement instruments. This has been shown, for example, for filter test powders<sup>[34]</sup> and also for cerium dioxide, titanium dioxide, and titanium, zirconium and aluminium oxides<sup>[46]</sup>.

**Table F.1 — Estimation of maximum relative velocity within commonly used aerosol measurement instruments**

Instrument	Critical zone	Volumetric sample flow rate l/min	Inner diameter mm	Maximum relative velocity m/s
CPC	Bends	0,3	4,5	≈0,3
APS	Staged acceleration nozzle	1,0 to 5,0	0,81 to 1,04	≈60
DMAS	Inlet impactor	0,3	4,5 to 0,71 4,5 to 0,46	≈12,3 ≈30,2
Electrometer-based mobility particle spectrometer: FMPS, EEPS	Inlet cyclone	10	0,7	≈12
ELPI/ELPI+	Nozzle	10	0,3	119

The 13 stage-ELPI applies a range of shear stress, starting with 2,9 m/s air velocity in the largest nozzle for about 10 µm aerodynamic classification up to 119 m/s at the smallest stages for sizes smaller than 100 nm. The strongest dispersing methods apply up to 100 m/s, which excludes measurement of unstable agglomerates.

To check if the unknown stress in the measuring device distorts the test result, the stress in the aerosolization and disagglomeration procedure should be varied in small steps. If the change in stress results in a change in particle size and concentration, it can be assumed that the stress in the measurement device is not the dominant factor disturbing the measurements.

## Bibliografi

- [1] ISO 787-11, *General methods of test for pigments and extenders — Part 11: Determination of tamped volume and apparent density after tamping*
- [2] ISO 5011:2020, *Inlet air cleaning equipment for internal combustion engines and compressors — Performance testing*
- [3] ISO 9276-1:1998, *Representation of results of particle size analysis — Part 1: Graphical representation*
- [4] ISO/TR 13121:2011, *Nanotechnologies — Nanomaterial risk evaluation*
- [5] ISO 13320:2020, *Particle size analysis — Laser diffraction methods*
- [6] ISO 14488:2007, *Particulate materials — Sampling and sample splitting for the determination of particulate properties*
- [7] ISO 15900, *Determination of particle size distribution — Differential electrical mobility analysis for aerosol particles*
- [8] ISO/TR 19601, *Nanotechnologies — Aerosol generation for air exposure studies of nano-objects and their aggregates and agglomerates (NOAA)*
- [9] ISO 21501-1:2009, *Determination of particle size distribution — Single particle light interaction methods — Part 1: Light scattering aerosol spectrometer*
- [10] ISO 21501-4:2018, *Determination of particle size distribution — Single particle light interaction methods — Part 4: Light scattering airborne particle counter for clean spaces*
- [11] ISO 21683:2019, *Pigments and extenders — Determination of experimentally simulated nano-object release from paints, varnishes and pigmented plastics*
- [12] ISO/TR 22971:2005, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Practical guidance for the use of ISO 5725-2:1994 in designing, implementing and statistically analysing interlaboratory repeatability and reproducibility results*
- [13] ISO/TR 27628:2007, *Workplace atmospheres — Ultrafine, nanoparticle and nano-structured aerosols — Inhalation exposure characterization and assessment*
- [14] ISO 27891:2015, *Aerosol particle number concentration — Calibration of condensation particle counters*
- [15] EN 481:1993, *Workplace atmospheres — Size fraction definitions for measurement of airborne particles*
- [16] EN 1540:2011, *Workplace exposure — Terminology*
- [17] EN 15051-1:2013, *Workplace exposure — Measurement of the dustiness of bulk materials — Part 1: Requirements and choice of test methods*
- [18] EN 15051-2:2013+A1:2016, *Workplace exposure — Measurement of the dustiness of bulk materials — Part 2: Rotating drum method*
- [19] EN 15051-3:2013, *Workplace exposure — Measurement of the dustiness of bulk materials — Part 3: Continuous drop method*
- [20] EN 17199-1:2019, *Workplace exposure — Measurement of dustiness of bulk materials that contain or release respirable NOAA and other respirable particles — Part 1: Requirements and choice of test methods*

- [21] EN 17199-2:2019, *Workplace exposure — Measurement of dustiness of bulk materials that contain or release respirable NOAA and other respirable particles — Part 2: Rotating drum method*
- [22] EN 17199-3:2019, *Workplace exposure — Measurement of dustiness of bulk materials that contain or release respirable NOAA and other respirable particles —Part 3: Continuous drop method*
- [23] EN 17199 4:2019, *Workplace exposure — Measurement of dustiness of bulk materials that contain or release respirable NOAA and other respirable particles —Part 4: Small rotating drum method*
- [24] EN 17199-5:2019, *Workplace exposure — Measurement of dustiness of bulk materials that contain or release respirable NOAA and other respirable particles —Part 5: Vortex shaker method*
- [25] VDI 3491-3:2018, *Measurement of particles, Methods for generating test aerosols, Dispersing solid materials*
- [26] VDI 3867-5:2013, *Measurement of particles in ambient air — Determination of the particle number concentration and particle size distribution of aerosols — Time-of-flight spectrometer*
- [27] VDI 3867-6:2013, *Measurement of particles in ambient air — Determination of the particle number concentration and number size distribution of aerosols — Electrical Low Pressure Impactor (ELPI)*
- [28] BOUNDY M., LEITH D., POLTON T. Method to evaluate the dustiness of pharmaceutical powders. *Ann. Occup. Hyg.* 2006, 50(5), pp. 253–258
- [29] BURDETT G.J., CHUNG K.Y.K., MARK D., ARMBRUSTER L.A., BREUM N.O. Development of a method for dustiness testing. EU contract SMT4-CT96-2074. HSE REPORT IR/L/MF/00/11, 1–96. 2000. Sheffield, UK, Health and Safety Laboratory
- [30] CALVERT G., GHADIRI M., TWEEDIE R. Aerodynamic dispersion of cohesive powders: A review of understanding and technology. *Adv. Powder Technol.* 2009, 20(1), pp. 4–16
- [31] DAZON C. Expositions professionnelles aux nanomatériaux lors de la manipulation de poudres : relations entre les propriétés des poudres et les caractéristiques des aérosols émis. (Workplace exposure to nanomaterials during powder handling: relationships between powder properties and airborne particle characteristics.) PhD manuscript. Available from: <http://www.theses.fr/2019AIXM0022>
- [32] DING Y., STAHLMECKE B., JIMÉNEZ A.S., TUINMAN I.L., KAMINSKI H., KUHLBUSCH T.A.J., VAN TONGEREN M., RIEDIKER M. Dustiness and Deagglomeration Testing: Interlaboratory Comparison of Systems for Nanoparticle Powder. *Aerosol Sci. Technol.* 2015, 49(12), pp. 1222–1231
- [33] GÖHLER D., GRITZKI R., STINTZ M., RÖSLER M., FELSMANN C. Propagation modelling based on airborne particle release data from nanostructured materials for exposure estimation and prediction. *J. Phys.: Conf. Ser.* 2017, 838(1), Available from: <https://iopscience.iop.org/article/10.1088/1742-6596/838/1/012010>
- [34] GÖHLER D, STINTZ M. Nanoparticle release quantification during weak and intense dry dispersion of nanostructured powders. *J. Phys.: Conf. Ser.* 2015, 617, 012029
- [35] HAMELMANN F., SCHMIDT E. Methods of estimating the dustiness of industrial powders – A review. *KONA.* 2003, 21, pp. 7–18
- [36] JENSEN K.A., C, CLAUSEN P.A., SCHNEIDER T. Dustiness behaviour of loose and compacted Bentonite and organoclay powders: What is the difference in exposure risk? *J. Nanopart. Res.* 2009, 11, pp. 133–146

- [37] KOIVISTO A.J., JENSEN A.C.Ø., KLING K.I., NØRGAARD A., BRINCH A., CHRISTENSEN F., JENSEN, K.A. Quantitative material releases from products and articles containing manufactured nanomaterials: Towards a release library. *NanoImpact*. 2017, 5, pp. 119–132. Available from: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S245207481630101X>
- [38] KUHNBUSCH T.A.J., ASBACH C., FISSAN H., GÖHLER D., Stintz M. Nanoparticle exposure at nanotechnology workplaces: A review. *Part. Fibre Toxicol.* 2011, 8(22)
- [39] KULKARNI P., BARON P.A., WILLEKE K. *Aerosol measurement*. John Wiley, 2011. ISBN 978 0 470-38741-2
- [40] LEVIN M., GUDMUNDSSON A., PAGELS J.H., FIERZ M., MØLHAVE K., LÖNDAHL J., JENSEN K.A., KOPONEN I.K. Limitations in the Use of Unipolar Charging for Electrical Mobility Sizing Instruments: A Study of the Fast Mobility Particle Sizer. *Aerosol Science and Technology*. 2015, 49(8), pp. 556–565. DOI: 10.1080/02786826.2015.1052039
- [41] MASUDA H. Dry dispersion of fine particles in gaseous phase. *Adv. Powder Technol.* 2009, 20(2), pp. 113–122
- [42] OGURA I., KOTAKE M., SAKURAI H., GAMO M. *Emission and Exposure Assessment of Manufactured Nanomaterials*. English Version. NEDO project (P06041) “Research and Development of Nanoparticle Characterization Methods”, 2012. Available from: [https://www.aist-riss.jp/wp-content/uploads/2014/10/emission\\_20121026e.pdf](https://www.aist-riss.jp/wp-content/uploads/2014/10/emission_20121026e.pdf)
- [43] PETAVRATZI E., KINGMAN S.W., LOWNDES I.S. Assessment of the dustiness and the dust liberation mechanisms of limestone quarry operations. *Chem Eng. Pro.* 2008, 46(12), pp. 1412–1423
- [44] SCHNEIDER T., JENSEN K.A. Combined single-drop and rotating drum dustiness test of fine to nanosize powders using a small drum. *Ann. Occup. Hyg.* 2008, 52(1), pp. 23–34
- [45] SILIN, N., TARRIO J., GUOZDEN T. An experimental study of the aerodynamic dispersion of loose aggregates in an accelerating flow. *Powder Technology*. 2017, 318, pp. 151–161
- [46] STAHLMECKE B., WAGENER S., ASBACH C., KAMINSKI H., FISSAN H., KUHNBUSCH T.A.J. Investigation of airborne nanopowder agglomerate stability in an orifice under various differential pressure conditions. *J. Nanopart. Res.* 2009, 11, pp. 1625–1635
- [47] United States of America, Code of Federal Regulations, Title 40: Protection of Environment, Part 50 – National Primary And Secondary Ambient Air Quality Standards, Appendix L to Part 50 – Reference Method for the Determination of Fine Particulate Matter as PM<sub>2.5</sub> in the Atmosphere and Appendix J to Part 50 – Reference Method for the Determination of Particulate Matter as PM<sub>10</sub> in the Atmosphere. Available from: <https://www.govinfo.gov/content/pkg/CFR-2019-title40-vol2/xml/CFR-2019-title40-vol2-part50.xml>
- [48] WITSCHGER O., DAZON C., PAYET R., BAU S., BOIVIN A., DELORAS O., JANKOWSKA E., SOBIECH P., KACZOROWSKA B., BARD D., SILVERTON C., DAHMANN D., MONZ C., NEUMANN V., JENSEN K.A., GODINHO A.S., DA FONSECA S., NIELSEN H., KOPONEN I.K., TUINMAN I., MOERMAN M. Deliverable report for European Commission Mandate M/461, item #20, W1137057 to 61. Workplace exposure – Measurement of dustiness of bulk nanomaterials – Part 1 to Part 5. Report on the results of pre-normative research. December 2016. L/MP/MA/2017.001



## Informasi perumus SNI

**[1] Komite Teknis Perumusan SNI**

Komite Teknis 07-03 Nanoteknologi

**[2] Susunan keanggotaan Komite Teknis Perumusan SNI**

Ketua : Haznan Abimanyu  
Wakil Ketua : A. Rachman Mustar  
Sekretaris : Teguh Prakosa  
Anggota : 1. Arief Udhiarto  
2. Dwi Gustiono  
3. Jimmy Pusaka  
4. Oman Zuas  
5. Pudji Untoro  
6. Pudjiatmoko  
7. Rachmat Wijaya  
8. Setyo Purwanto

**[3] Konseptor Rancangan SNI**

1. Setyo Purwanto
2. Dwi Gustiono

**[4] Sekretariat pengelola Komite Teknis Perumusan SNI**

Direktorat Pengembangan Standar Mekanika, Energi, Infrastruktur, dan Teknologi Informasi  
Badan Standardisasi Nasional