DIN EN 16913:2017-09 (D)

Außenluft - Messverfahren zur Bestimmung von NO<(Index)3><(hoch)->, SO<(Index)4><(hoch)2->, Cl<(hoch)->, NH<(Index)4><(hoch)+>, Na<(hoch)+>, K<(hoch)+>, Mg<(hoch)2+>, Ca<(hoch)2+> in PM2,5 wie auf Filtern abgeschieden; Deutsche Fassung EN 16913:2017

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort ... 5

Einleitung ... 6

1 Anwendungsbereich ... 7

2 Normative Verweisungen ... 8

3 Begriffe und Definitionen ... 8

4 Symbole und Abkürzungen ... 8

5 Kurzbeschreibung ... 9

6 Geräte ... 9
6.1 Probenahmegeräte ... 9
6.2 Laborausstattung ... 9
6.2.1 Allgemeine Anforderungen ... 9

7 Probenahme ... 10
7.1 Filtermaterial ... 10
7.2 Probenahmedauer ... 11
7.3 Probenahme im Feld und Typ des Probenahmegeräts ... 11
7.4 Probenahmestandorte ... 11
7.5 Filterumgebung während der Probenahme ... 11

8 Transport und Lagerung ... 11
8.1 Handhabung ... 11
8.2 Zeit- und Temperaturgrenzen ... 11

9 Analyse ... 12
9.1 Reagenzien ... 12
9.2 Entnahme von Filter-Teilproben ... 12
9.3 Probenextraktion ... 12
9.4 Probenvorbereitung ... 12
9.5 Analyse der Extrakte ... 12

10 Berechnung der Ergebnisse ... 13
10.1 Allgemeines ... 13
10.2 Berechnung der Massenkonzentration an Anionen und Kationen in Außenluft ... 13
10.3 Nachweisgrenze des Verfahrens ... 14
10.4 Wiederholpräzision ... 15
10.5 Gerätedrift ... 15

11 Qualitätskontrolle ... 15
11.1 Reagenzien-Blindwert ... 15
11.2 Überprüfung des Feld-Filterblindwerts ... 15
11.3 Wiederholpräzision der Analyse ... 16
11.4 Kalibrierung ... 16
11.5 Ionenchromatographische Analyse ... 16
11.6 Wiederholpräzision der Teilproben ... 16

11.7 Nachweisgrenze des Verfahrens 17
11.8 Zertifizierte Referenzlösungen 17
11.9 Externe Qualitätsbewertung 17

12 Messunsicherheit 18

13 Artefakte und Störeinflüsse 19
13.1 Probenahme 19
13.2 Analyse 19

14 Datenaufzeichnung 20

Anhang A (informativ) Statistische Analyse der Anionen- und Kationen-Konzentrationen auf Filtern aus der Feldvalidierung 21
A.1 Allgemeines 21
A.2 Verfahrensweise bei der Analyse 21
A.2.1 Allgemeines 21
A.2.2 Berechnung der Variabilität zwischen den und innerhalb der Laboratorien 22
A.2.3 Berechnung der Variabilität zwischen den Probenahmegeräten 25
A.2.4 Kombinierte Standardunsicherheit 26
A.3 Bemerkungen 26
A.4 Ergebnisse 26
A.4.1 Datensatz 1 – Variabilität zwischen den und innerhalb der Laboratorien 26
A.4.2 Datensatz 2 — Variabilität zwischen den Probenahmegeräten 28
A.4.3 Datensatz 3 — Unsicherheit über den Bereich der gemessenen Konzentrationen 28
A.4.4 Nachweisgrenze 32
A.4.5 Feld-Blindwertproben 33

Anhang B (informativ) Unsicherheitsbudget 34

Anhang C (informativ) Reagenzien 37
C.1 Allgemeines 37
C.2 Bestimmung von Anionen durch Ionenchromatographie 37
C.2.1 Entionisiertes Wasser, mit einem spezifischen elektrischen Widerstand von mindestens 18 MΩcm bei 25 °C, gefiltert, um Partikel größer als 0,45 µm auszuschließen. 37
C.2.2 An das ionenchromatographische System angepasster Eluent 37
C.2.3 Chlorid-, Nitrat- und Sulfat-Standard-Stammlösungen, beispielsweise jeweils $\rho = 1\,000$ mg/l 38
C.2.4 Chlorid-, Nitrat- und Sulfat-Standardlösungen 38
C.2.5 Gemischte Chlorid-, Nitrat- und Sulfat-Kalibrierlösungen 38
C.2.6 Zertifiziertes Referenzmaterial (Lösung) 38
C.2.7 Reagenzien-Blindlösung 38
C.3 Bestimmung von Kationen durch Ionenchromatographie 38
C.3.1 Entionisiertes Wasser, mit einem spezifischen elektrischen Widerstand von mindestens 18 MΩcm bei 25 °C, gefiltert, um Partikel größer als 0,45 µm auszuschließen. 38
C.3.2 An das ionenchromatographische System angepasster Eluent 38
C.3.3 Ammonium-, Calcium-, Magnesium-, Kalium- und Natrium-Standard-Stammlösungen, ... 39
C.3.4 Ammonium-, Calcium-, Magnesium-, Kalium- und Natrium-Standardlösungen 39
C.3.5 Gemischte Ammonium-, Calcium-, Magnesium-, Kalium- und Natrium-Kalibrierlösungen 39
C.3.6 Zertifiziertes Referenzmaterial (Lösung) 39
C.3.7 Reagenzien-Blindlösung 39
C.4 Kationenbestimmung durch optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES) 39
C.4.1 Entionisiertes Wasser, mit einem spezifischen elektrischen Widerstand von mindestens 18 MΩcm bei 25 °C, gefiltert, um Partikel größer als 0,45 µm auszuschließen. 39
C.4.2 Salpetersäure, ρ (HNO_3) = 1,4 g/ml. 39
C.4.3 Element-Standard-Stammlösungen von Calcium, Magnesium, Kalium und Natrium, beispielsweise jeweils ρ = 1 000 mg/l 39
C.4.4 Calcium-, Magnesium-, Kalium- und Natrium-Standardlösungen 40
C.4.5 Gemischte Calcium-, Magnesium-, Kalium- und Natrium-Kalibrierlösungen 40
C.4.6 Reagenzien-Blindlösung 40

C.5 Ammonium-Bestimmung durch Photometrie 40
C.5.1 Entionisiertes Wasser, mit einem spezifischen elektrischen Widerstand von mindestens 18 MΩcm bei 25 °C, gefiltert, um Partikel größer als 0,45 µm auszuschließen. 40
C.5.2 Phenol C_6H_5OH 40
C.5.3 Natrium-Nitroprussid $[Na_2Fe(NO)(CN)_5 * 2H_2O]$ 40
C.5.4 Natriumhydroxid NaOH 40
C.5.5 Natriumhypochloritlösung, 6 % bis 14 % aktives Chlor, NaOCl 40
C.5.6 Ammoniumchlorid NH_4Cl 40
C.5.7 Ortho-Toluidin $CH_3C_6H_4NH_2$ 40
C.5.8 Reagens A 40
C.5.9 Reagens B 41
C.5.10 Ammonium-Standard-Stammlösung, 1 000 mg NH_4/l 41
C.5.11 Ammonium-Standardlösung, 4 mg NH_4/l 41

Anhang D (informativ) Weitere im Validierungsprogramm eingesetzte Analyseverfahren 42
D.1 Optisches Emissionsspektrometriesystem mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES) 42
D.2 Konduktometrie 42
D.3 Photometrie 43
D.3.1 Geräte 43
D.3.2 Erstellung der Kalibrierkurve 43
D.3.3 Analyseverfahren 43

Anhang E (informativ) Herstellung der Standard-Stammlösung 44

Anhang F (informativ) Probenahmeartefakte 45
F.1 Allgemeines 45
F.2 Ammoniumnitrat 45
F.3 Chlorid 46

Literaturhinweise 47