

# DIN EN 16913:2017-09 (D)

**Außenluft - Messverfahren zur Bestimmung von NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, Cl<sup>-</sup>, NH<sub>4</sub><sup>+</sup>, Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup>, Mg<sup>2+</sup>, Ca<sup>2+</sup> in PM<sub>2,5</sub> wie auf Filtern abgeschieden; Deutsche Fassung EN 16913:2017**

---

<b>Inhalt</b>	<b>Seite</b>
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
<b>Anhang A (informativ) Statistische Analyse der Anionen- und Kationen-Konzentrationen auf</b>		
	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
<b>Anhang B (informativ) Unsicherheitsbudget.....</b>		
<b>Anhang C (informativ) Reagenzien .....</b>		
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 M $\Omega$ cm bei 25 °C, gefiltert, um Partikel größer als 0,45 $\mu$ m 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 M $\Omega$ cm bei 25 °C, gefiltert, um Partikel größer als 0,45 $\mu$ m 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 M $\Omega$ cm bei 25 °C, gefiltert, um Partikel größer als 0,45 $\mu$ m auszuschließen.....	39
C.4.2	Salpetersäure, $\rho$ (HNO <sub>3</sub> ) = 1,4 g/ml.....	39
C.4.3	Element-Standard-Stammlösungen von Calcium, Magnesium, Kalium und Natrium, beispielsweise jeweils $\rho = 1\ 000$ 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 <sub>6</sub> H <sub>5</sub> OH.....	40
C.5.3	Natrium-Nitroprussid [Na <sub>2</sub> Fe(NO)(CN) <sub>5</sub> * 2H <sub>2</sub> O] .....	40
C.5.4	Natriumhydroxid NaOH.....	40
C.5.5	Natriumhypochloritlösung, 6 % bis 14 % aktives Chlor, NaOCl.....	40
C.5.6	Ammoniumchlorid NH <sub>4</sub> Cl.....	40
C.5.7	Ortho-Toluidin CH <sub>3</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> NH <sub>2</sub> .....	40
C.5.8	Reagens A.....	40
C.5.9	Reagens B.....	41
C.5.10	Ammonium-Standard-Stammlösung, 1 000 mg NH <sub>4</sub> /l.....	41
C.5.11	Ammonium-Standardlösung, 4 mg NH <sub>4</sub> /l.....	41
<b>Anhang D (informativ) Weitere im Validierungsprogramm eingesetzte Analyseverfahren .....</b>		<b>42</b>
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
<b>Anhang E (informativ) Herstellung der Standard-Stammlösung .....</b>		<b>44</b>
<b>Anhang F (informativ) Probenahmeartefakte.....</b>		<b>45</b>
F.1	Allgemeines.....	45
F.2	Ammoniumnitrat.....	45
F.3	Chlorid .....	46
<b>Literaturhinweise .....</b>		<b>47</b>