

# DIN CEN/TS 18044:2024-10 (D)

## Außenluft - Bestimmung der Konzentration von Levoglucosan - Chromatographisches Verfahren; Deutsche Fassung CEN/TS 18044:2024

---

Inhalt	Seite
Europäisches Vorwort.....	7
Einleitung .....	8
1 Anwendungsbereich.....	9
2 Normative Verweisungen .....	9
3 Begriffe .....	9
4 Symbole und Abkürzungen .....	9
5 Kurzbeschreibung.....	10
6 Ausrüstung .....	10
6.1 Probenahme.....	10
6.1.1 Probenahmegerät .....	10
6.1.2 Partikelfilter .....	10
6.2 Geräte zur Probenvorbereitung .....	10
6.3 Geräte zur Analyse .....	10
6.3.1 IC-PAD .....	10
6.3.2 GC-MS.....	11
6.4 Chemikalien und Zubehör .....	11
7 Probenahme.....	12
8 Probenvorbereitung und Analyse.....	12
8.1 Allgemeines.....	12
8.2 IC-PAD-Verfahren.....	12
8.2.1 Probenvorbereitung.....	12
8.2.2 Vorbereitung des Eluenten .....	12
8.2.3 Analyse.....	12
8.2.4 Kalibrierung.....	13
8.3 GC-MS-Verfahren .....	13
8.3.1 Probenvorbereitung.....	13
8.3.2 Analyse.....	13
8.3.3 Kalibrierung.....	13
9 Berechnung der Ergebnisse .....	13
10 Messunsicherheit .....	14
10.1 Allgemeines.....	14
10.2 Auswertung nach ISO 5725-2 .....	14
10.3 Bewertung von Labordaten nach ISO/IEC Guide 98-3.....	16
11 Nachweisgrenze und Bestimmungsgrenze .....	17
12 Störungen.....	18
12.1 Allgemeines.....	18
12.2 IC-PAD .....	18
12.3 GC-MS.....	19
13 Qualitätssicherung und Qualitätskontrolle .....	19
Anhang A (informativ) Ausführungsbeispiele für das IC-PAD-Verfahren .....	21

A.1	Beispiel 1.....	21
A.1.1	Geräte.....	21
A.1.2	Betriebsparameter .....	21
A.1.3	Chemikalien und Zubehör .....	22
A.1.4	Durchführung.....	23
A.2	Beispiel 2.....	26
A.2.1	Geräte.....	26
A.2.2	Betriebsparameter .....	27
A.2.3	Chemikalien und Zubehör .....	27
A.2.4	Durchführung.....	28
Anhang B (informativ) Ausführungsbeispiel für das GC-MS-Verfahren.....		33
B.1	Geräte.....	33
B.2	GC/MS-Betriebsparameter.....	33
B.3	Chemikalien .....	33
B.4	Durchführung.....	34
B.4.1	Kalibrierstandards .....	34
B.4.2	Probenvorbereitung.....	35
Anhang C (informativ) Berechnung der Messunsicherheit aus den Ergebnissen eines Laborvergleichs .....		38
C.1	Allgemeines.....	38
C.2	Berechnungen nach ISO 5725-2 .....	38
C.3	Berechnung der Unsicherheitsparameter nach ISO 13528 (Q/Hampel-Verfahren).....	39
C.4	Vergleich der beiden Berechnungsverfahren .....	41
Anhang D (informativ) Mögliche Anforderungen an die Unsicherheit der einzelnen Schritte bei Aufarbeitung und Analyse für eine Gesamtunsicherheit von 40 %.....		44
Anhang E (informativ) Berechnung der Nachweisgrenze aus der Kalibrierfunktion .....		46
Anhang F (informativ) Illustrative Chromatogramme .....		47
Literaturhinweise .....		49

## Bilder

Bild 1	— Bildung von Levoglucosan aus $\beta$ -D-Glucose .....	8
Bild A.1	— Detektoreinstellungen (Screenshot).....	22
Bild A.2	— Chromatogramm einer Kalibrierlösung (Levoglucosan etwa 800 ng/g) .....	25
Bild A.3	— Chromatogramm einer Außenluftprobe (Levoglucosan 110 ng/m <sup>3</sup> ).....	26
Bild A.4	— Chromatogramm einer Außenluftprobe (Levoglucosan 2 200 ng/m <sup>3</sup> ) .....	26
Bild A.5	— Gradient-Elution (Screenshot).....	30
Bild A.6	— Chromatogramm von STD1 (Screenshot).....	32
Bild B.1	— Chromatogramm eines Extrakts einer realen Probe nach Derivatisierung.....	36
Bild C.1	— Levoglucosan-Ergebnisse für Probe 1.....	41
Bild C.2	— Levoglucosan-Ergebnisse für Probe 2.....	42
Bild C.3	— Levoglucosan-Ergebnisse für Probe 3.....	43

<b>Bild F.1</b> — Überlagerung der Chromatogramme der einzelnen Standards bei einer Konzentration von jeweils 5 µg/ml (Hamilton RCX-30, 250 × 4,6 mm, 7 µm, NaOH 0,2 M, 0,7 ml/min, 25 °C).....	47
<b>Bild F.2</b> — Überlagerung der Chromatogramme der einzelnen Standards bei einer Konzentration von jeweils 5 µg/ml (Metrohm Carb 2, 250 × 4,0 mm, 5 µm, NaOH 0,1 M, 0,4 ml/min, 25 °C).....	48

## **Tabellen**

<b>Tabelle A.1</b> — Nachweisgrenzen.....	25
<b>Tabelle A.2</b> — Standardkonzentrationen.....	28
<b>Tabelle A.3</b> — Nachweisgrenze (LoD) der Verbindungen.....	31
<b>Tabelle A.4</b> — Retentionszeiten der Verbindungen .....	32
<b>Tabelle B.1</b> — Kalibrierlösungen.....	34
<b>Tabelle B.2</b> — Ionen für die Identifizierung und Quantifizierung der Substanzen .....	36
<b>Tabelle B.3</b> — Nachweis- und Bestimmungsgrenzen für Anhydromonosaccharide.....	36
<b>Tabelle C.1</b> — Berechnung der Unsicherheitsparameter nach ISO 5725-2 .....	38
<b>Tabelle C.2</b> — Vergleich der GC-MS- und IC-PAD-Ergebnisse in µg/Filterstück ( $\pm S_R$ ) .....	39
<b>Tabelle C.3</b> — Robuste Ergebnisse nach dem Q/Hampel-Verfahren.....	40
<b>Tabelle C.4</b> — Vergleich der Ergebnisse für Levoglucosan, berechnet nach ISO 5725-2 und ISO 13528 (Q/Hampel-Verfahren).....	41
<b>Tabelle D.1</b> — Liste der Unsicherheitsanforderungen für einzelne Aufarbeitungs- und Analyseschritte.....	45