

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 β -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 ³).....	26
Bild A.4	— Chromatogramm einer Außenluftprobe (Levoglucosan 2 200 ng/m ³)	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

Bild F.1 — 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
Bild F.2 — 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

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