DIN EN 14385:2025-03 (D)

Emissionen aus stationären Quellen - Bestimmung der Gesamtemission von As, Cd, Cr, Co, Cu, Mn, Ni, Pb, Sb, Tl und V; Deutsche Fassung EN 14385:2024

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort ... 8

Einleitung ... 10

1 Anwendungsbereich ... 11

2 Normative Verweisungen ... 11

3 Begriffe, Symbole und Abkürzungen ... 12
3.1 Begriffe ... 12
3.2 Symbole ... 13
3.3 Abkürzungen ... 14

4 Kurzbeschreibung ... 15

5 Geräte und Chemikalien ... 15
5.1 Allgemeines ... 15
5.2 Chemikalien und Filtermaterial ... 19

6 Probenahmeapparatur ... 21
6.1 Allgemeine Anforderungen ... 21
6.2 Geräte für die isokinetische Probenahme ... 21
6.3 Absorber und Absorptionsgrad ... 22

7 Reinigung der Probenahmeapparatur vor der Probenahme ... 23

8 Verfahren ... 23
8.1 Allgemeine Anforderungen ... 23
8.2 Behandlung und Aufbau der Probenahmeapparatur ... 24
8.3 Durchführung der Probenahme ... 25
8.4 Abbau der Probenahmeapparatur ... 25
8.4.1 Allgemeines ... 25
8.4.2 Zerlegung des Filtergehäuses ... 25
8.4.3 Spülung der Probenahmeapparatur ... 26
8.4.4 Spülung der Verbindung zu dem ersten Absorber ... 26
8.4.5 Handhabungen von Absorptionslösungen der Absorber ... 26
8.5 Feldblindwertproben ... 27
8.6 Anforderungen für die Lagerung der Proben ... 27
8.7 Probenvorbehandlung vor der Analyse ... 27
8.7.1 Allgemeines ... 27
8.7.2 Vorreinigung der für den Aufschluss benötigten Geräte ... 27
8.7.3 Behandlung des zertifizierten Referenzmaterials und des Filters ... 27
8.7.4 Vorbehandlung der Absorptionslösungen ... 30
8.7.5 Vorbehandlungen der Spüllösungen ... 30
8.8 Analyse ... 30

9 Angabe der Ergebnisse ... 32

10 Prüfbericht ... 35

Anhang A (informativ) Beispiele für Absorptionsgefäße ... 37

Anhang B (informativ) Systeme für die isokinetische Probenahmeapparatur und Dichtheitsprüfungsverfahren ... 38

B.1 Systeme für die isokinetische Probenahmeapparatur ... 38
B.2 Dichtigkeitsprüfungsverfahren ... 39

Anhang C (informativ) Verfahren zur Vorreinigung der Probenahmeapparatur im Laboratorium und Bestimmung des Absorptionsgrades ... 43
C.1 Allgemeines ... 43
C.2 Chemikalien ... 43
C.2.1 Allgemeines ... 43
C.2.2 Spüllösung ... 43
C.2.3 Verdünntes Königswasser ... 43
C.2.4 Laboratoriums-Reinigungslösung ... 43
C.2.5 Verdünnung von Wasserstoffperoxid ... 43
C.2.6 Spülsäure ... 43
C.3 Geräte ... 44
C.3.1 Verfahren A ... 44
C.3.2 Verfahren B ... 44
C.3.3 Verfahren C ... 44
C.4 Absorptions- und Aufbewahrungsgefäße ... 44
C.4.1 Verfahren A ... 44
C.4.2 Verfahren B ... 44
C.4.3 Verfahren C ... 44
C.4.4 Verfahren D ... 45

Anhang D (informativ) Messergebnisse der beiden Feldversuche ... 46
D.1 Allgemeines ... 46
D.2 Absorptionsgrad ... 46
D.3 Wiederholpräzision ... 47
D.4 Vergleichspräzision ... 48

Anhang E (informativ) Vorversuche zur Bestimmung der Effizienz, des Aufschlusses und der Leistungsfähigkeit des analytischen Verfahrens ... 50
E.1 Analytische Effizienz von Referenzmaterialien ... 50
E.2 Kommentare zu den Daten der Feldstudie ... 52
E.2.1 Allgemeines ... 52
E.2.2 Vorbehandlungen und Analyse ... 54
E.2.3 Absorptionsgrad ... 54
E.2.4 Nachweisgrenze ... 54
E.2.5 Wiederholpräzision und Vergleichspräzision ... 54

Anhang F (informativ) Beispiel für die Bewertung der Konformität des Standardreferenzverfahrens ... 55
F.1 Einleitung ... 55
F.2 Erforderliche Elemente für die Bestimmung der Unsicherheit — Modellgleichung ... 55
F.3 Beispiel für eine Unsicherheitsberechnung im Falle eines Probenahmesystems aus dem Teilstrom ... 55
F.3.1 Allgemeines ... 55
F.3.2 Bestimmung der Modellgleichungen ... 56
F.3.3 Gleichungen zur Berechnung der kombinierten Unsicherheiten von Gasvolumen, die unter Normbedingungen gemessen wurden ... 59
F.3.4 Gleichungen zur Berechnung der kombinierten Unsicherheiten von Konzentrationen ... 61
F.3.5 Quantifizierung der Elemente der Standardunsicherheit ... 66
F.4 Schätzung der Messunsicherheit bei Verwendung eines Hauptstrom-Probenahmeverfahrens ... 79
F.4.1 Allgemeines ... 79
F.4.2 Bestimmung der Modellgleichungen ... 79
F.4.3 Gleichungen zur Berechnung der kombinierten Unsicherheiten von Gasvolumen, die unter Normbedingungen gemessen wurden ... 80
F.4.4 Gleichungen zur Berechnung der kombinierten Unsicherheiten von Konzentrationen ... 81

Anhang G (normativ) Bestimmung und Angabe von Nachweis- und Bestimmungsgrenzen ... 85

G.1 Einführung von Nachweis- und Bestimmungsgrenzen ... 85
G.2 Nachweisgrenze (en: limit of detection, LoD) ... 86
G.3 Bestimmungsgrenze (en: limit of quantification, LoQ) ... 86
G.4 Regeln für die Zusammenrechnung der verschiedenen Teile einer Probenahmeapparatur für Metalle, wenn die Werte bei LoQ oder darunter liegen ... 87

Anhang H (informativ) Alternative Aufschlussverfahren für die Filter durch Verwendung einer Aufschlussmischung ohne HF [3],[4] ... 90
H.1 Hintergrund zum alternativen Verfahren ... 90
H.2 Reagenzien ... 90
H.3 Aufschluss des Filters ... 90
H.4 Analyse ... 90

Literaturhinweise ... 91

Bilder

Bild 1 — Ablaufschema des analytischen Verfahrens ... 32

Bild A.1 — Beispiel für Impinger und Frittengaswaschflaschen ... 37

Bild B.1 — Beispiele für die isokinetische Probenahmeapparatur ... 38

Bild B.2 — Maximaler erlaubter Druckanstieg je Minute während der Dichtigkeitsprüfung bei einer Undichtigkeit von 2 % ... 40

Bild G.1 — Vereinfachte Probenahmeapparatur mit mehreren Komponenten ... 87

Bild G.2 — Vergleich der Konzentrationen mit der Feldblindwertprobe ... 88

Tabellen

Tabelle 1 — Zusätzliche Leistungskriterien für EN 14385 ... 35

Tabelle D.1 — Mittlere Werte der Absorptionsgrade (Anteile der zu bestimmenden Elemente in den Gaswaschflaschen 1 und 2, ausgedrückt als Massenanteil in Prozent von allen drei Gaswaschflaschen) ... 46

Tabelle D.2 — Wiederholpräzision ... 47

Tabelle D.3 — Vergleichspräzision ... 48

Tabelle E.1 — Referenzprobe (BCR, Mischung und Lösung) ... 50

Tabelle E.2 — Messergebnisse von BCR 176, Mischungen und Lösungen ... 51

Tabelle E.3 — Messergebnisse von den Referenzproben ... 52

Tabelle F.1 — Ergebnisse der Analyse und die damit verbundenen Unsicherheiten ... 67

Tabelle F.2 — Beispiele für Messbedingungen und Verfahrenskenngrößen ... 69

Tabelle F.3 — Berechnung der Konzentrationen ... 71

Tabelle F.4 — Werte der Empfindlichkeitskoeffizienten ... 71

Tabelle F.5 — Berechnung der Unsicherheiten, die mit den Parametern der Probenahme in Verbindung stehen 73

Tabelle F.6 — Unsicherheiten verbunden mit der Cd+Tl-Konzentration 75

Tabelle F.7 — Unsicherheiten verbunden mit As+Cr+Co+Cu+Mn+Ni+Pb+Sb+V-Konzentration 77

Tabelle G.1 — Hypothetisches Beispiel zum Vergleich des Messergebnisses mit dem Feldblindwert 89