

DIN EN 16913:2017-09 (D)

Außenluft - Messverfahren zur Bestimmung von NO₃⁻, SO₄²⁻, Cl⁻, NH₄⁺, Na⁺, K⁺, Mg²⁺, Ca²⁺ in PM_{2,5} 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.....		
Anhang C (informativ) Reagenzien		
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 ρ = 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 ₆ H ₅ OH.....	40
C.5.3	Natrium-Nitroprussid [Na ₂ Fe(NO)(CN) ₅ * 2H ₂ O]	40
C.5.4	Natriumhydroxid NaOH.....	40
C.5.5	Natriumhypochloritlösung, 6 % bis 14 % aktives Chlor, NaOCl.....	40
C.5.6	Ammoniumchlorid NH ₄ Cl.....	40
C.5.7	Ortho-Toluidin CH ₃ C ₆ H ₄ NH 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