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/m³) ... 26

Bild A.4 — Chromatogramm einer Außenluftprobe (Levoglucosan 2 200 ng/m³) ... 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 (± 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**