

DIN EN 14902



Diese Norm ist Bestandteil des VDI/DIN-Handbuches Reinhaltung der Luft, Band 5

ICS 13.040.20

**Außenluftbeschaffenheit –
Standardisiertes Verfahren zur Bestimmung von Pb/Cd/As/Ni als
Bestandteil der PM10-Fraktion des Schwebstaubes;
Deutsche Fassung EN 14902:2005**

Ambient air quality –
Standard method for the measurement of Pb, Cd, As and Ni in the PM10 fraction of
suspended particulate matter;
German version EN 14902:2005

Qualité de l'air ambiant –
Méthode normalisée pour la mesure de Pb, Cd, As et Ni dans la fraction MP10 de la matière
particulaire en suspension;
Version allemande EN 14902:2005

Gesamtumfang 56 Seiten

Kommission Reinhaltung der Luft (KRdL) im VDI und DIN - Normenausschuss



Nationales Vorwort

Die Europäische Norm EN 14902 wurde im Europäischen Komitee für Normung (CEN) in der Arbeitsgruppe WG 14 „Referenzverfahren zur Bestimmung von Pb/Cd/As/Ni in der Außenluft“ (Sekretariat und Obmannschaft: Deutschland) des Technischen Komitees CEN/TC 264 „Luftbeschaffenheit“ (Sekretariat: Deutschland) unter Mitwirkung deutscher Experten erarbeitet, die vom Arbeitsausschuss „Messen von Metallen und Halbmetallen (I)“ der Kommission Reinhaltung der Luft im VDI und DIN – Normenausschuss KRdL benannt wurden. Die von diesem Arbeitsausschuss im Vorfeld erarbeiteten VDI-Richtlinien (siehe Nationaler Anhang NA) dienen der CEN/TC 264/WG 14 als Basisdokumente.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 5725-4, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 4: Grundlegende Methoden für die Ermittlung der Richtigkeit eines vereinheitlichten Messverfahrens*

VDI 2267 Blatt 1, *Stoffbestimmung an Partikeln in der Außenluft — Messen der Massenkonzentration von As, Be, Cd, Co, Cr, Cu, Mn, Ni, Pb, Sb, Ti, Zn mit Hilfe der Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) nach Filterprobenahme und Aufschluss in oxidierendem Säuregemisch*

VDI 2267 Blatt 2, *Stoffbestimmung an Partikeln in der Außenluft — Messen der Blei-Massenkonzentration mit Hilfe der Röntgenfluoreszenzanalyse*

VDI 2267 Blatt 4, *Stoffbestimmung an Partikeln in der Außenluft — Messen von Blei, Cadmium und deren organischen Verbindungen als Bestandteile des Staubniederschlages mit der Atomabsorptionsspektrometrie*

VDI 2267 Blatt 5, *Stoffbestimmung an Partikeln in der Außenluft — Messen der Massenkonzentration von Be, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Ni, Pb, Sb, Ti, V, Zn mit Hilfe der optischen Emissionsspektrometrie (ICP OES) nach Filterprobenahme und Aufschluss in oxidierendem Säuregemisch*

VDI 2267 Blatt 7, *Stoffbestimmung an Partikeln in der Außenluft — Messen von Thallium und seinen organischen Verbindungen als Bestandteile des Staubniederschlages mit der Atomabsorptionsspektrometrie*

VDI 2267 Blatt 8, *Stoffbestimmung an Partikeln in der Außenluft — Messen der Massenkonzentration von Quecksilber — Probenahme durch Sorption als Amalgam und Bestimmung mittels Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) mit Kaltdampftechnik*

VDI 2267 Blatt 9, *Stoffbestimmung an Partikeln in der Außenluft — Messen der Massenkonzentration von Quecksilber — Probenahme durch Sorption als Amalgam und Bestimmung mittels Atomfluoreszenzspektrometrie (AFS) mit Kaltdampftechnik*

VDI 2267 Blatt 11, *Stoffbestimmung an Partikeln in der Außenluft — Messen der Blei-Massenkonzentration mit Hilfe der energiedispersiven Röntgenfluoreszenzanalyse*

VDI 2267 Blatt 14, *Stoffbestimmung an Partikeln in der Außenluft — Messen der Massenkonzentration von Al, As, Cd, Ca, Cr, Fe, K, Co, Cu, Mg, Mn, Na, Ni, V, Zn als Bestandteile des Staubniederschlages mit Hilfe der optischen Emissionsspektrometrie (ICP OES)*

VDI 2267 Blatt 15, *Stoffbestimmung an Partikeln in der Außenluft — Messen der Massenkonzentration von Al, As, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, K, Mn, Ni, Pb, Sb, V und Zn als Bestandteile des Staubniederschlages mit Hilfe der Massenspektrometrie (ICP-MS)*

Deutsche Fassung

Außenluftbeschaffenheit —
Standardisiertes Verfahren zur Bestimmung von Pb/Cd/As/Ni als
Bestandteil der PM10-Fraktion des Schwebstaubes

Ambient air quality — Standard method for the
measurement of Pb, Cd, As and Ni in the PM10 fraction of
suspended particulate matter

Qualité de l'air ambiant — Méthode normalisée pour la
mesure de Pb, Cd, As et Ni dans la fraction MP10 de la
matière particulaire en suspension

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 27. Juni 2005 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

Management-Zentrum: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe und Abkürzungen	5
4 Kurzbeschreibung	8
5 Anforderungen	9
6 Chemikalien und Gase	10
7 Geräte	11
8 Probenahme	12
9 Analyse	14
10 Qualitätskontrolle	23
11 Berechnung der Ergebnisse	24
12 Abschätzung der Messunsicherheit des Verfahrens	27
13 In Feldtests bestimmte Verfahrenskenngrößen	27
14 Angabe der Ergebnisse	32
Anhang A (informativ) Beispiele für Mikrowellen-Druckaufschlussverfahren	33
Anhang B (informativ) Typische Laborfilter-Blindwerte, wie in den Feld-Validierungstests bestimmt	35
Anhang C (informativ) Analytische Interferenzen	36
Anhang D (informativ) Für die Feld-Validierungstests verwendeter Ansatz zur Berechnung der Messunsicherheit	40
Anhang E (normativ) Liste der minimalen QA/QC-Prozeduren	46
Anhang F (informativ) Prozedur zur Bestimmung der Messunsicherheit des Verfahrens für ein individuelles Laboratorium	48
Anhang ZA (informativ) Bezug zu EU-Richtlinien	53
Literaturhinweise	54

Vorwort

Diese Europäische Norm (EN 14902:2005) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 264 „Luftbeschaffenheit“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Februar 2006, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Februar 2006 zurückgezogen werden.

Diese Europäische Norm wurde unter einem Mandat der Europäischen Kommission und der Europäischen Freihandelszone (EFTA) vom CEN erarbeitet (siehe Anhang ZA).

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung von partikelgebundenem Blei (Pb), Cadmium (Cd), Arsen (As) und Nickel (Ni) in der Außenluft fest, das im Rahmen der Europäischen Ratsrichtlinie über die Beurteilung und Kontrolle der Luftqualität [1] und der ersten [2] bzw. vierten [3] Tochterrichtlinie eingesetzt werden kann. Verfahrensanforderungen, denen dieses Verfahren genügen muss, sind in dieser Europäischen Norm spezifiziert. Die Verfahrenskenngrößen wurden in vergleichenden Feldvalidierungstests an vier europäischen Messorten bestimmt (siehe [4]).

Diese Europäische Norm legt ein Probenahmeverfahren für Pb, Cd, As und Ni als Bestandteil des PM10-Aerosols, einen Mikrowellenaufschluss der Probe und die Analyse mittels Graphitrohr-Atomabsorptionsspektrometrie oder mittels Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) fest.

Diese Europäische Norm gilt für die Messung von Pb, Cd, As und Ni als Bestandteil der PM10-Aerosolfraction in den in Tabelle 1 aufgeführten Konzentrationsbereichen.

Tabelle 1 — Arbeitsbereiche des Verfahrens

	von	bis
Pb	1	4 000
Cd	0,1	50
As	0,5	350
Ni	2	100

Die tatsächlichen unteren Grenzen der Arbeitsbereiche werden von der Variabilität der Laborfilterblindwerte (5.3.1) bestimmt. Die in Tabelle 1 angegebenen unteren Grenzen der Arbeitsbereiche sind Erwartungswerte, die auf den Ergebnissen der Feldvalidierungstests basieren. Entsprechend wurden die oberen Grenzen der Arbeitsbereiche orientierend an den maximalen Tageswerten während der Feldvalidierungstests festgelegt. Das Verfahren kann auch für höhere Konzentrationen eingesetzt werden sofern die PM10-Sammelcharakteristik des Probenahmegerätes nicht beeinträchtigt ist.

2 Normative Verweisungen

Die im folgenden zitierten Publikationen sind unverzichtbar für die Anwendung dieser Europäischen Norm. Bei datierten Verweisungen gilt nur die zitierte Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation (einschließlich aller Änderungen).

EN 12341:1998, *Luftbeschaffenheit — Ermittlung der PM10-Fraktion von Schwebstaub — Referenzmethode und Feldprüfverfahren zum Nachweis der Gleichwertigkeit von Messverfahren und Referenzmessmethode*

ENV 13005:1999, *Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen*¹⁾

1) identisch mit ISO Guide 30 (GUM) Genf 1993

3 Begriffe und Abkürzungen

3.1 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1.1

Analyse

alle nach der Probenvorbereitung durchgeführten Arbeitsgänge zur Bestimmung der Menge oder Konzentration der in der Probe vorliegenden interessierenden Metalle oder Metalloide

3.1.2

Blindlösung

Lösung, die von einem Labor-Blindfilter oder einem Feld-Blindfilter durch den Vorgang des Probenaufschlusses hergestellt wird

ANMERKUNG Eine Labor-Blindfilterlösung oder eine Feld-Blindfilterlösung ist gegebenenfalls weiteren Bearbeitungsschritten zu unterziehen, z. B. Verdünnung und/oder Zugabe eines internen Standard(s), wenn diese Bearbeitungsschritte auch auf die Probenlösungen angewendet werden, um Prüflösungen für die Analyse zu erhalten.

3.1.3

Kalibrier-Blindlösung

Kalibrierlösung, die ohne Zugabe von Stammlösung oder Arbeits-Standardlösung hergestellt wird und deren Konzentration an dem interessierenden Analyt(en) als null angesehen wird

3.1.4

Kalibrierlösung

Lösung, die für die Kalibrierung des analytischen Geräts verwendet wird und den interessierenden Analyt(en) in geeigneter Konzentration(en) enthält und durch Verdünnung von Stammlösung(en) oder Arbeits-Standardlösung(en) hergestellt wurde

ANMERKUNG Die Technik der Matrix-Anpassung wird normalerweise für das Herstellen von Kalibrierlösungen verwendet.

3.1.5

zertifiziertes Referenzmaterial

Referenzmaterial, von dem der oder die Werte eines oder mehrerer Eigenschaftsmerkmale durch ein technisch entsprechendes Verfahren zertifiziert ist bzw. sind, ergänzt durch oder rückführbar auf ein Zertifikat oder ein anderes Dokument, das durch den Zertifizierer herausgegeben wurde [5]

3.1.5

Feld-Blindfilter

Filter, das derselben Prozedur unterzogen wird wie eine Probe mit der Ausnahme, dass keine Luft durch das Filter gezogen wird. Es wird zur Probenahmestelle transportiert, in das Probenahmegerät eingebaut, ausgebaut, zum Labor zurücktransportiert und in derselben Weise wie eine Probe aufbereitet

3.1.7

interne Standardlösung

Lösung mit einem oder mehreren Elementen in geeigneten Konzentrationen, die zur Proben-, Blind- und Kalibrierlösungen dazugegeben wird, um instrumentelle Fluktuationen während der Analyse zu korrigieren

3.1.8

instrumentelle Nachweisgrenze

geringste Menge eines Analyten, die mit dem Messgerät nachweisbar ist, ermittelt durch die wiederholte Messung von Reagenzien-Blindlösung

3.1.9

Labor-Blindfilter

unbenutztes Filter, das nur im Labor verwendet und derselben analytischen Prozedur wie eine Probe unterzogen wird. Dieses Filter wird der für die Probenahme verwendeten Charge entnommen

3.1.10

Grenzwert

Wert, der auf Basis wissenschaftlicher Kenntnisse mit dem Ziel der Vermeidung, der Verhütung oder der Verminderung schädlicher Auswirkungen auf die menschliche Gesundheit und/oder die Umwelt als ganzes festgelegt wurde und der innerhalb einer bestimmten Frist eingehalten werden soll und dann nicht mehr überschritten werden darf

3.1.11

Matrix-Störung

nichtspektrale Störung

Matrix-Effekt

Störung nichtspektraler Art, die durch Unterschiede zwischen der Matrix der Kalibrier- und der Prüflösungen verursacht wird

3.1.12

Matrix-Anpassung

Technik, die zur Minimierung des Einflusses von Matrix-Störungen auf das analytische Ergebnis verwendet wird. Beinhaltet die Herstellung von Kalibrierlösungen, in denen die Konzentrationen von Säuren und anderen Hauptbestandteilen denen der Prüflösung angepasst sind

3.1.13

Verfahrens-Nachweisgrenze

kleinste Analytmenge, die mit diesem Verfahren nachweisbar ist, ermittelt durch die Analyse von Labor-Blindfiltern

3.1.14

PM10

Sollvorgabe für die Probenahme der thorakalen Partikel

[EN 12341:1998]

3.1.15

PM10-Referenzgerät

vereinbarungsgemäß ein Probenahmegerät, das die geforderten Leistungsmerkmale zur Erfassung der PM10-Massenkonzentration besitzt

[EN 12341:1998]

3.1.16

PM10-Probenahmegerät

Probenahmegerät, für das demonstriert wurde, das dessen Leistungsmerkmale denen des Referenzgerätes äquivalent sind

3.1.17

Qualitäts-Kontrolllösung

Lösung, die zusammen mit den Probenlösungen analysiert wird, um Informationen über die Wiederholpräzision des Analysenverfahrens zu erhalten. Zur Kontrolle, dass die Methode zufrieden stellend umgesetzt wird, sind die Ergebnisse in einer Kontrollkarte darzustellen

3.1.18

Bestimmungsgrenze

kleinste Analytmenge, die mit dem Verfahren für einen gegebenen Vertrauensbereich quantifizierbar ist, ermittelt durch Analyse von Labor-Blindfiltern

3.1.19**Reagenzien-Blindlösung**

Lösung, die alle bei der Analyse der Probe verwendeten Reagenzien enthält, jedoch ohne die Probe und ohne die Filtermatrix

3.1.20**Wiederholpräzision (von Messergebnissen)**

Ausmaß der Übereinstimmung von Ergebnissen aufeinander folgender Messungen derselben Messgröße, ausgeführt unter denselben Messbedingungen [6]

3.1.21**Vergleichpräzision (von Messergebnissen)**

Ausmaß der Übereinstimmung von Messergebnissen derselben Messgröße, ausgeführt unter veränderten Messbedingungen [6]

3.1.22**Probenlösung**

Lösung, die durch den Prozess des Probenaufschlusses aus der Probe hergestellt wurde

ANMERKUNG Eine Probenlösung ist gegebenenfalls weiteren Verfahrensschritten zu unterziehen, z. B. Verdünnung und/oder Zugabe von internem(n) Standard(s), um eine Prüflösung, die direkt analysiert werden kann, zu erhalten.

3.1.23**Probenahmeverfahren**

alle Schritte des Messverfahrens, die den Prozess des Sammelns einer Luftprobe beschreiben

3.1.24**Probenvorbereitung**

alle nach dem Transport und Lagerung an einer Probe durchgeführten Arbeitsgänge, um diese für die Analyse vorzubereiten, einschließlich der Überführung der Probe in einen messbaren Zustand, falls erforderlich

3.1.25**Probenaufschluss**

Probenauflösung

Verfahren, um aus einer Probe eine Lösung der interessierenden Analysensubstanzen zu gewinnen. Dieses kann die vollständige Probenauflösung beinhalten

3.1.26**Stamm-Standardlösung**

Lösung zur Herstellung von Kalibrierlösungen, die einen oder mehrere der interessierenden Analyt(e) in (einer) Konzentration(en) enthält, die auf nationale oder internationale Standards rückführbar ist

3.1.27**Teilprobe (eines Filters)**

Teil eines großen Filters, abgetrennt für analytische Zwecke, welcher repräsentativ für den ganzen Filter ist

3.1.28**Schwebstaub**

Bezeichnung für alle von Luft umgebenen Partikel in einem gegebenen, ungestörten Luftvolumen

[EN 12341:1998]

3.1.29**Zielwert**

nach Möglichkeit in einem bestimmten Zeitraum zu erreichende Immissionskonzentration, die mit dem Ziel festgelegt wird, die schädlichen Einflüsse auf die menschliche Gesundheit und die Umwelt insgesamt zu vermeiden, zu verhindern oder zu verringern [3]

3.1.30

Prüflösung

Blind- oder Probenlösung, die allen erforderlichen Verfahrensschritten unterzogen wurde, die nötig sind, um sie für die Analyse einsetzbar zu machen, z. B. durch Verdünnen und/oder Zugabe von internem(n) Standard(s)

ANMERKUNG Die Blind-Prüflösung ist identisch mit der Blindlösung, wenn diese keinen weiteren Verfahrensschritten vor der Analyse unterzogen werden. Gleiches gilt für die Proben-Prüflösung und die Probenlösung

3.1.31

Messunsicherheit (einer Messung)

dem Messergebnis zugeordneter Parameter, der die Streuung der Werte kennzeichnet, die vernünftigerweise der Messgröße zugeordnet werden könnte

[ENV 13005:1999]

3.1.32

Arbeits-Standardlösung

Lösung, die durch Verdünnen von Stamm-Standardlösung(en) hergestellt wird und die einen oder mehrere der interessierenden Analyte in Konzentrationen enthält, die besser zur Herstellung der Kalibrierlösungen geeignet sind

3.2 Abkürzungen

AAS	Atomabsorptionsspektrometrie;
amu	Atomare Masseneinheit
CRM	Zertifiziertes Referenzmaterial;
GFAAS	Graphitrohr-Atomabsorptionsspektrometrie;
HDPE	Polyethylen hoher Dichte;
HVS	Probenahmegerät mit hohem Volumenstrom, wie in EN 12341:1998, Anhang B.2, beschrieben;
ICP-MS	Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma;
LDPE	Polyethylen niedriger Dichte;
LVS	Probenahmegerät mit niedrigem Volumenstrom, wie in EN 12341:1998, Anhang B.1, beschrieben;
PFA	Perfluoralkoxy-Copolymerisat;
PP	Polypropylen;
PTFE	Polytetrafluorethen;
SPM	Schwebstaub;
TFM	Tetrafluor-methaxil-Polymer.

4 Kurzbeschreibung

Das Verfahren ist in zwei wesentliche Teile untergliedert: erstens die Probenahme im Feld und zweitens die Analyse im Labor. Während der Probenahme werden die Pb, Cd, As und Ni enthaltenden Partikel gesammelt, in dem ein definiertes Luftvolumen durch ein Filter gesaugt wird, welches in einem für den Zweck der PM10-Beprobung konzipierten Probenahmegerät eingesetzt ist. Das Probenfilter wird ins Labor transportiert und Pb, Cd, As und Ni werden mit Hilfe eines geschlossenen Mikrowellenaufschlusses unter Verwendung von Salpetersäure und Wasserstoffperoxid in Lösung gebracht. Die sich ergebende Lösung wird mit GFAAS oder ICP-MS analysiert.

5 Anforderungen

5.1 Anforderungen an den Standort

Die in der ersten Tochterraichtlinie [2] (für Pb) und der vierten Tochterraichtlinie [3] (für Cd, As und Ni) gegebenen Anforderungen an den Standort der Probenahmegeräte sind zu befolgen.

5.2 Anforderungen an die Probenahme

Die Probenahme ist mit einem PM10-Probenahmegerät, das den Anforderungen der EN 12341 entspricht, durchzuführen. In der Regel beträgt die Probenahmedauer 24 h. Niedrigere Konzentrationen können jedoch längere Probenahmezeiten erfordern, wohingegen höhere Konzentrationen kürzere erfordern können.

ANMERKUNG Um die Anforderungen dieser Europäischen Norm erfüllen zu können, insbesondere im Hinblick auf die Nachweisgrenzen, kann es erforderlich sein, die Sammelzeit bei Probenahmegeräten mit niedrigem Volumenstrom zu erhöhen.

5.3 Anforderung an die Analytik

5.3.1 Verfahrens-Nachweisgrenze

Die Verfahrens-Nachweisgrenze, welche auf Laborfilter-Blindwerten basiert, muss kleiner oder gleich 10 % des Grenzwertes für Pb und kleiner oder gleich 10 % der Zielwerte für Cd, As und Ni gemäß den Angaben in der ersten und vierten Tochterraichtlinie [2], [3] sein. Die Methode zur Berechnung der Verfahrens-Nachweisgrenze ist in 11.5 beschrieben.

ANMERKUNG Wenn es erforderlich ist, Messungen bei den niedrigeren Konzentrationen innerhalb des Arbeitsbereiches des Verfahrens, wie angegeben in Tabelle 1, durchzuführen, sind niedrigere Verfahrens-Nachweisgrenzen erforderlich (siehe Tabelle 7).

5.3.2 Wiederfindungsraten

Die mittleren Wiederfindungsraten der Methode, wenn bestimmt in Übereinstimmung mit der in 10.3 beschriebenen Prozedur, müssen die in Tabelle 2 angegebenen Anforderungen an die Wiederfindungsrate erfüllen.

Tabelle 2 — Minimal Anforderungen an die mittleren Wiederfindungsraten

	Bereich der mittleren Wiederfindungsraten [%]
Pb	90 bis 110
Cd	90 bis 110
As	85 bis 115
Ni	85 bis 115

5.3.3 Homogenitätsbedingung für Teilproben

Die relative Standardabweichung des Bleigehaltes von Teilproben darf bei Bestimmung gemäß der in 9.6 beschriebenen Vorgehensweise 5 % nicht übersteigen.

6 Chemikalien und Gase

6.1 Wasser, hochrein, destilliert oder deionisiert.

ANMERKUNG Es wird empfohlen, Wasser aus einer Wasseraufbereitung zu verwenden, welche hochreines Wasser mit einem spezifischen Widerstand größer als $0,18 \text{ M}\Omega \cdot \text{m}$ bei 25°C liefert.

6.2 Salpetersäure (HNO_3), konzentriert, ρ ungefähr $1,42 \text{ g/ml}$, Massenanteil ungefähr 70 %, hohe Reinheit [Konzentration gemäß Hersteller- oder Lieferantenangabe $< 0,005 \text{ mg/l}$ für As, Cd, Ni und Pb (typische Konzentrationen sind in der Regel 10fach geringer)], sub-boiled vor Gebrauch, falls erforderlich.

WARNUNG Konzentrierte Salpetersäure ist korrosiv und oxidierend, und Salpetersäuredämpfe sind Reiz erregend. Direkter Kontakt mit der Haut und den Augen oder Inhalation der Dämpfe ist zu vermeiden. Geeignete Personenschutz-ausrüstung (einschließlich geeigneter Handschuhe, Gesichtsschutz oder Sicherheitsbrille usw.) ist bei der Arbeit mit konzentrierter oder verdünnter Salpetersäure zu benutzen.

6.3 Salpetersäure für Reinigungszwecke, ungefähr 800 ml hochreines Wasser (6.1) sind in einen 1-Liter-Maßkolben zu geben. Es sind vorsichtig 100 ml konzentrierte Salpetersäure (6.2) dem Kolben zuzugeben und durch Verwirbeln zu vermischen. Nach Abkühlung ist mit Wasser auf 1 Liter aufzufüllen und gründlich zu mischen.

6.4 Wasserstoffperoxid (H_2O_2), Massenanteil ungefähr 30 %; hohe Reinheit [Konzentration gemäß Hersteller- oder Lieferantenangabe $< 0,005 \text{ mg/l}$ für As, Cd, Ni und Pb (typische Konzentrationen sind in der Regel 10fach geringer)].

WARNUNG Wasserstoffperoxid ist korrosiv und oxidierend. Direkter Kontakt mit der Haut und den Augen ist zu vermeiden. Geeignete Personenschutz-ausrüstung (einschließlich geeigneter Handschuhe, Gesichtsschutz oder Sicherheitsbrille usw.) ist bei der Arbeit mit Wasserstoffperoxid zu benutzen.

6.5 Stamm-Standardlösungen, Einzelelement oder Multielement. Es sind kommerziell erhältliche Standardlösungen mit zertifizierten Konzentrationen, die auf nationale oder internationale Standards rückführbar sind, zu verwenden. Das vom Hersteller angegebene Verfallsdatum oder die empfohlene Haltbarkeit ist zu beachten.

6.6 Arbeits-Standardlösung, falls gewünscht ist eine Arbeits-Standardlösung durch geeignete Verdünnung von Stamm-Standardlösungen (siehe 6.5) herzustellen, die den bzw. die interessierenden Analyte(n) in (einer) Konzentration(en) enthält, die besser zur Herstellung der Kalibrierlösung geeignet ist.

6.7 Matrix-Modifier, z. B. $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$, $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ oder $\text{Pd}(\text{NO}_3)_2$, oder eine Kombination von diesen für die GFAAS-Analyse, falls erforderlich.

6.8 Argon, flüssig oder in der Druckgasflasche, mit einer Reinheit geeignet für den Gebrauch bei der AAS- oder ICP-MS-Analyse.

6.9 Zertifiziertes Referenzmaterial (CRM), mit einer Probenmatrix, die so repräsentativ wie möglich für PM10-Außenluftstaub ist²⁾.

2) NIST 1648 „Urban Particulate Matter“ vom *National Institute of Standards & Technology*, USA, ist ein Beispiel für ein geeignetes handelsübliches Produkt. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieser Europäischen Norm und bedeutet keine Anerkennung dieses genannten Produktes durch CEN. NIST 1648 wurde während der Validierung dieses Verfahrens als Referenzmaterial benutzt und wird im Text als CRM 1 bezeichnet.

7 Geräte

7.1 Probenahmeausrüstung

7.1.1 PM10-Probenahmegerät, äquivalent zu EN 12341. Es dürfen sowohl HVS als auch LVS eingesetzt werden, des Weiteren können die Probenahmegeräte als Einzelfiltergeräte oder Filterwechsler ausgeführt sein.

ANMERKUNG Zur Minimierung von Probenkontamination sollten alle Teile des Filterhalters, die in Kontakt mit dem Filter kommen, aus einem geeigneten Material mit einem möglichst niedrigen Metallgehalt wie z. B. PTFE, Glas, Quarz usw. gefertigt sein.

7.1.2 Fettmittel, falls erforderlich, geeignet zum Fetten der Impaktionsplatte des Probenahmegerätes.

7.1.3 Filter, mit einem für das Probenahmegerät (7.1.1) geeigneten Durchmesser, mit einer Abscheideeffizienz von mindestens 99,5 % bei einem aerodynamischen Durchmesser von 0,3 µm. Für jede neue Filtercharge ist durch Prüfung zu bestätigen, dass die Variabilität des Filter-Blindwertes niedrig genug ist, um die Anforderungen an den Verfahrens-Blindwert in 5.3.1 zu erfüllen.

ANMERKUNG 1 Es wird empfohlen, die verwendeten Filter von einem Hersteller zu beziehen, der die Abscheideeffizienz des Filtermaterials gemäß den Standard-Methoden wie z. B. [8] oder [9] bestimmt hat.

ANMERKUNG 2 Der Metallgehalt der Filter sollte so gering wie möglich sein, da in der Regel höhere Filter-Blindwerte zu einer höheren Blindwert-Variabilität führen.

ANMERKUNG 3 Quarzfaserfilter, Zellulosenitrat- und Zelluloseacetat-Membranfilter haben sich in den Feld-Validierungstests als geeignet gezeigt (siehe Anhang B). Weitere Informationen können [10] entnommen werden.

ANMERKUNG 4 Bei der Auswahl der Filter sollte der Anwender den anfänglichen Druckabfall über das Filter sowie den Anstieg während der Staubsammlung berücksichtigen und sicherstellen, dass sich kein übermäßiger Druckabfall während der Probenahme entwickelt. Dieser ist abhängig vom Filtertyp (z. B. Membranfilter), ungewöhnlich hohen PM10-Konzentrationen, der Anwendung längerer Probenahmezeiten als 24 Stunden und den Möglichkeiten des Probenahmegerätes, einen sich ergebenden Druckabfall auszugleichen. Quarzfaserfilter haben sich trotz ihrer schwachen mechanischen Eigenschaften in den meisten Fällen als geeignet erwiesen.

7.1.4 Volumenstrommessgerät, mit einer Messunsicherheit, die ausreichend ist, um die Volumenstromrate des Probenahmegerätes (7.1.1) auf $\pm 5\%$ zu messen. Die Kalibrierung des Volumenstrommessgerätes muss auf (inter)nationale Standards rückführbar sein.

ANMERKUNG Es wird empfohlen, ein Volumenstrommessgerät einzusetzen, welches den Volumenstroms auf $\pm 2\%$ oder besser messen kann.

7.2 Laborgeräte

Übliche Laborgeräte und 7.2.1 – 7.2.7:

7.2.1 Mikrowellen-Aufschlusssystem, konzipiert für einen Probenaufschluss in geschlossenen Gefäßen im Labor, mit Leistungsregulierung, ausgestattet mit einem Temperaturkontrollsystem, das geeignet ist, die Temperatur aufzunehmen und automatisch die Mikrowellenausgangsleistung anzupassen. Der Mikrowellenofenraum soll korrosionsgeschützt und gut belüftet sein, die gesamte Elektronik muss zur Gewährleistung des sicheren Betriebs gegen Korrosion geschützt sein.

ANMERKUNG Ein Leckdetektions- oder Druckkontrollsystem ist sehr nützlich, da es einen gewissen Schutz gegen möglichen Probenverlust auf Grund eines übermäßigen Druckaufbaus und teilweiser Entlüftung der Probengefäße bietet.

WARNUNG Den Sicherheitsempfehlungen des Herstellers ist zu folgen.

7.2.2 Probengefäße, konzipiert für den Hochdruck-Mikrowellenaufschluss, mit einem System zum kontrollierten Druckablass, geeignet für eine Betriebstemperatur von 220 °C und einen Druck von mindestens 50 bar sowie mit einem internen Volumen von wenigstens 50 ml, z. B. Gefäße mit einer Innenauskleidung und einem Schutzmantel aus mikrowellen-transparentem und chemisch resistentem Material (üblicherweise ein Fluorkohlenstoffpolymer wie TFM oder PFA).

7.2.3 Maßkolben, aus Borosilikatglas, Quarz, Polyethylen oder Fluorkohlenstoffpolymer.

ANMERKUNG Lösungen mit Schwermetallgehalten im Ultra-Spurenbereich werden im Allgemeinen in gründlich gereinigten Gefäßen aus Polyethylen (LDPE, HDPE) oder Fluorkohlenstoffpolymer (z. B. PFA, PTFE) aufbewahrt.

7.2.4 Stanzwerkzeug, falls erforderlich, geeignet zum kontaminationsfreien Herstellen von Teilproben großer Filter.

7.2.5 Transportbehälter, geeignet für den Transport von Filtern vom Probenahmeort zurück ins Labor, hergestellt aus inertem Material mit geringem Metallgehalt wie z. B. HDPE, PP, Polycarbonat, PTFE, Glas oder Quarz.

Entweder

7.2.6 Graphitrohr-Atomabsorptionsspektrometer, ausgestattet mit Hohlkathodenlampen oder elektrodenlosen Entladungslampen für die interessierenden Elemente, fähig zur gleichzeitigen Untergrundkorrektur an der Messwellenlänge mit einer Kontinuumsquelle wie z. B. einer Deuteriumlampe zur Korrektur unspezifischer Absorption (siehe 5.1.5 in [11]) oder mit einem Zeeman-Untergrundkorrektursystem.

Oder

7.2.7 Massenspektrometer mit induktiv gekoppeltem Plasma, Quadrupolgerät, geeignet zum Erfassen des Massenbereiches von 5 amu bis 250 amu mit einer Mindestauflösung von 1 amu Peakbreite bei 5 % Peakhöhe, ausgestattet mit einem Datensystem, das die Korrektur isobarer Interferenzen und die Anwendung der internen Standardtechnik erlaubt.

ANMERKUNG Der Einsatz alternativer ICP-MS Gerätekonfigurationen, z. B. hochauflösende Massenspektrometer, Quadrupolmassenspektrometer, ausgestattet mit Reaktions- oder Kollisionszellen, Kaltplasmasystemen usw., kann spektrale Interferenzen reduzieren.

8 Probenahme

8.1 Vorbereitung des Probenahmegerätes

8.1.1 Die minimalen Anforderungen an Spannung und Leistung für das Probenahmegerät (7.1.1) sind der Bedienungsanleitung des Herstellers zu entnehmen. Es ist sicherzustellen, dass am Probenahmeort eine ausreichende Stromversorgung gegeben ist.

8.1.2 Der Einlass des Probenahmegerätes, das Ansaugrohr, der Filterwechselmechanismus, die Filterkassette und alle anderen Teile des Probenahmegerätes, die in Kontakt mit dem Filter kommen, sind vor Gebrauch entsprechend den Herstellerspezifikationen zu säubern. Gleichfalls sind eingefettete Teile wie die Impaktionsplatte vor dem Einsatz zu überprüfen, wenn notwendig zu reinigen und wieder zu fetten.

8.2 Handhabung der Filter

Kleine Filter sind zur Vermeidung von Kontamination und Beschädigung mit einer metallfreien, ungezackten und stumpfen Pinzette zu handhaben. Für große Filter ist diese Vorgehensweise eventuell nicht praktikabel, in diesem Fall sind diese mit Handschuhen aus geeignetem Material (z. B. ungepuderte Vinylhandschuhe) nur durch Anfassen an den äußeren Ecken des Filters vorsichtig zu handhaben.

8.3 Vorbereitung der Filter

8.3.1 Filter, die z. B. während des Verpackens und/oder des Transportes kontaminiert worden sein könnten, sind zu verwerfen.

8.3.2 Vor Gebrauch ist jedes Filter auf kleine Löcher und andere Fehler wie Reste, loses Material, Flecken und Ungleichmäßigkeiten zu untersuchen. Hierfür kann z. B. ein beleuchtetes Vergrößerungsglas oder eine Prüfung vor einer flächigen Lichtquelle hilfreich sein. Filter, deren Unversehrtheit fraglich ist, sind nicht zu verwenden.

8.3.3 Jedem Filter ist eine eindeutige Kennung zuzuordnen und zur Lagerung und für den Transport an den Messort in einen beschrifteten und verschlossenen Behälter (7.2.5) zu legen. Ist das Filter zum Zwecke der Identifikation zu markieren, so darf dieses nicht in einem Bereich des Filters geschehen, der analysiert werden soll.

8.3.4 Es ist ein Filterprotokoll (z. B. ein Protokollbuch/Datei) anzulegen, in dem der Gebrauch jedes einzelnen Filters dokumentiert wird. Die Losnummer der verwendeten Filter ist im Filterprotokoll einzutragen. Falls das verwendete Probenahmegerät ein automatischer Filterwechsler ist, der für einen vorgegebenen Zeitraum kontinuierlich betrieben wird, ist eine beschriftete Filterkartusche mit der erforderlichen Anzahl von Filtern zu bestücken und für den Transport ins Feld dicht zu verschließen. Es ist zu dokumentieren, welches Filter an welche Position in der Kartusche gelegt wurde.

8.3.5 Labor-Blindfilter (siehe 3.1.9) sind regelmäßig im Rahmen der Vorbereitung der Filterchargen zu nehmen, so dass die Anzahl der Labor-Blindfilter mindestens 5 % der Anzahl der Filter beträgt, die für die Probenahme im Feld verwendet werden.

8.4 Durchführung der Probenahme

8.4.1 Das Probenahmegerät (7.1.1) ist im Feld gemäß den Angaben des Herstellers und unter Einhaltung der Anforderungen an den Standort gemäß 5.1 aufzustellen.

8.4.2 Vor dem Einsatz des Probenahmegerätes und mindestens alle 3 Monate ist unter Berücksichtigung der Angaben des Herstellers ein Lecktest durchzuführen und mit dem kalibrierten Volumenstrommessgerät (7.1.4) der Volumenstrom zu überprüfen. Ist die Abweichung größer als 5 % vom Sollwert, ist das Probenahmegerät durch entsprechende Justierung des Volumenstromes zu kalibrieren.

ANMERKUNG Es wird empfohlen, einen Lecktest und eine Volumenstrom-Kalibrierung vorab im Labor durchzuführen, um Probleme mit dem Probenahmegerät frühzeitig erkennen zu können.

8.4.3 Feld-Blindfilter (siehe 3.1.6) sind regelmäßig an jedem Messstandort zu nehmen (mindestens einmal auf je 20 für die Probenahme verwendete Filter).

8.4.4 Zu Beginn des Probenahmezeitraums ist entweder ein unbeaufsichtigtes Filter (für Einzelfiltergeräte) oder eine Kartusche mit unbeaufsichtigten Filtern (für automatische Filterwechsler) in das Probenahmegerät einzusetzen. Das Probenahmegerät ist gemäß den Angaben des Herstellers zu programmieren, der Zeitgeber zu starten und Angaben zur Startzeit, zum Volumenstrom und dem/den Filtercode(s) im Filterprotokoll zu protokollieren.

8.4.5 Am Ende des Probenahmezeitraums ist das Filter aus dem Probenahmegerät zu entnehmen, in den eindeutig bezeichneten Transportbehälter zurückzulegen und für den Transport ins Labor zu verschließen (für Einzelfiltergeräte). Bei automatischen Filterwechslern ist die Kartusche mit den gebrauchten Filtern zu entnehmen und für den Transport ins Labor vorzubereiten.

ANMERKUNG Wenn Filter für die Lagerung (zum einfacheren Transport) gefaltet werden, wird es erforderlich sein, das gesamte Filter zu analysieren, da die Faltung die Partikelverteilung auf der Filteroberfläche beeinflussen kann.

8.4.6 Im Filterprotokoll sind alle Details jeder Probe einschließlich der Endzeit, des Volumenstromes, des Probenluftvolumens, in m^3 , irgendwelche mechanischen oder elektrischen Ausfälle, die meteorologischen Bedingungen während des Probenahmezeitraums und alle weiteren Daten, die für die spätere Auswertung der Probenahme wichtig sein könnten, festzuhalten.

8.4.7 Die Impaktionsplatte des Einlasses ist, soweit anwendbar, mindestens einmal je 15 Probenahmetage zu reinigen und zu fetten. Der PM10-Probenahmekopf ist mindestens einmal je 6 Monate entsprechend den Angaben des Herstellers gründlich zu reinigen.

9 Analyse

9.1 Reinigung von Laborgeräten

9.1.1 Reinigung der Mikrowellenaufschlussgefäße

Die Mikrowellenaufschlussgefäße sind vor dem Einsatz nach dem gleichen Verfahren, das für den Probenaufschluss (siehe 9.2) verwendet wird, zu reinigen, jedoch nur durch Zugabe von Salpetersäure (6.3) und Wasserstoffperoxid (6.4) in die Gefäße. Danach sind die Gefäße dreimal mit hochreinem Wasser (6.1) zu spülen. Kürzere Reinigungszeiten oder alternative Reinigungsverfahren können eingesetzt werden, wenn ihre Effizienz nachgewiesen wurde und die Anforderungen an die Verfahrens-Nachweisgrenze (5.3.1) erfüllt werden.

Falls vom vorhergehenden Aufschluss Rückstände an den Wandungen haften, ist zu versuchen, diese gemäß den Empfehlungen des Herstellers zu entfernen, z. B. mit Hilfe eines Ultraschallbades.

ANMERKUNG Es ist empfehlenswert, einen Aufschlussgefäßsatz nur für die Analyse von in dieser Europäischen Norm spezifizierten Proben zu verwenden.

9.1.2 Reinigung von Laborgerät

Alles Laborgerät (wie Messkolben, Autosamplergefäße usw.) ist vor Gebrauch sorgfältig nach dem folgenden Verfahren zu reinigen:

- Das Laborgerät ist in Salpetersäure (6.3) zumindest über Nacht, vorzugsweise für einige Tage, einweichen zu lassen,
- dreimal mit Salpetersäure (6.3) zu spülen,
- dreimal mit hochreinem Wasser (6.1) zu spülen,
- trocknen zu lassen (bei unter 50 °C) und in einem vor Staub geschützten Bereich zu lagern.

Alternative Reinigungsverfahren dürfen angewendet werden, wenn gezeigt wurde, dass sie geeignet sind und die Anforderungen an die Verfahrens-Nachweisgrenze (5.3.1) erfüllt werden.

ANMERKUNG Es ist empfehlenswert, einen Satz Laborgeräte nur für die Untersuchung von in dieser Europäischen Norm spezifizierten Proben einzusetzen.

9.2 Probenaufschluss

9.2.1 Soll das gesamte Filter analysiert werden, ist es in ein gekennzeichnetes Mikrowellenprobengefäß zu überführen. Wenn ein vollständiges Eintauchen des Filters in die Aufschlusslösung erforderlich ist, ist das Filter zuvor zu falten oder mit einer Keramikscher (aus Aluminiumoxid) oder einem alternativen Schneidwerkzeug, das die Probe nicht kontaminiert, in kleine Teile zu zerschneiden.

Wenn alternativ nur ein Teil des Filters analysiert werden soll, ist vom Filter mit dem Stanzwerkzeug (7.2.4) oder durch das Ausschneiden eines Streifens eine Teilprobe zu entnehmen.

ANMERKUNG 1 Das Ausschneiden eines Filterstreifens ist in 6.2.1 von [10] beschrieben.

Es ist darauf zu achten, die Teilprobe nicht mit Abrieb von dem Stanzwerkzeug oder der Stanzunterlage zu kontaminieren. Die Teilprobe ist in das Aufschlussgefäß zu überführen.

ANMERKUNG 2 Die Analyse einer Teilprobe des Filters kann aufgrund der begrenzten Materialmenge, die in den benutzten Mikrowellenaufschlussgefäßen aufgeschlossen werden kann, erforderlich sein.

9.2.2 Geeignete Volumina von Salpetersäure (6.2) und Wasserstoffperoxid (6.4) sind vorsichtig in jedes Gefäß zu geben (z. B. 8 ml Salpetersäure und 2 ml Wasserstoffperoxid für ein 50-ml-Gefäß bei einem Filter von 50 mm Durchmesser) und mit einem Deckel zu verschließen. Die Probengefäße sind gleichmäßig verteilt in den Rotor des Mikrowellenaufschlussgerätes zu stellen und gemäß den Angaben des Herstellers zu verschließen. Alternative Aufschlusslösungen, für die nachgewiesen wurde, dass die Anforderungen an die Wiederfindungsraten in 5.3.2 erfüllt werden, können ebenfalls eingesetzt werden.

ANMERKUNG 1 Unvollständiges Eintauchen des Filters in die Aufschluss Säuren kann insbesondere dann zu einem Problem führen, wenn das Filter durch das Aufschlussverfahren nicht vollständig aufgelöst werden kann. In diesen Fällen kann es notwendig sein, das Aufschlussvolumen — unter Berücksichtigung der Herstellerempfehlungen hinsichtlich des maximalen Volumens an Säuren — zu vergrößern und die Dauer des Mikrowellenaufschlussprogramms zu verlängern.

ANMERKUNG 2 Der Probenaufschluss mit Flusssäure und Salpetersäure – als eine Alternative zu Salpetersäure und Wasserstoffperoxid – wurde in Labortests [7] untersucht und für geeignet befunden.

9.2.3 Das Gerät ist so zu programmieren, dass etwa 180 °C innerhalb von 20 min erreicht werden, die Temperatur dann langsam auf etwa 220 °C ansteigt und danach die Temperatur etwa 20 min gehalten wird. Die Anstiegs- und Haltezeiten sind von den verwendeten Geräten und Gefäßen abhängig und dürfen angepasst werden, für Beispiele siehe Anhang A. Alternative Verfahren oder Erhitzungstechniken, für die nachgewiesen wurde, dass die Anforderungen an die Wiederfindungsraten in 5.3.2 erfüllt werden, dürfen auch angewendet werden.

9.2.4 Nach dem Aufschluss sind die Gefäße auf Raumtemperatur abzukühlen. Die abgekühlten Gefäße sind vorsichtig unter einem Abzug zu öffnen, die Probenlösung ist in beschriftete Maßkolben (7.2.3) geeigneter Kapazität (z. B. 50 ml), die etwas hochreines Wasser (6.1) enthalten, zu überführen. Der Deckel und die Wände der einzelnen Aufschlussgefäße sowie das Filter, falls es nicht vollständig aufgeschlossen wurde, sind dreimal mit hochreinem Wasser zu spülen und die Spüllösung in den Maßkolben zu überführen. Es ist bis zur Eichmarke aufzufüllen und gut zu schütteln. Falls erforderlich, ist die Lösung zur Abtrennung von nicht aufgeschlossenem Filter- oder Probenmaterial zu filtrieren oder zu zentrifugieren.

WARNUNG Unter Druck stehende Gefäße können gefährlich sein. Die Gefäße sind gemäß den Herstellerangaben zu handhaben.

9.2.5 Zum Aufschluss der Labor-Blindfilter (siehe 8.3.5) und der Feld-Blindfilter (siehe 8.4.3) ist nach den in 9.2.1 bis 9.2.4 beschriebenen Verfahrensschritten vorzugehen. Ebenso ist die Reagenzien-Blindlösung herzustellen, indem Aufschlussgefäße ohne Filter die in 9.2.2 bis 9.2.4 beschriebenen Verfahrensschritte durchlaufen.

ANMERKUNG Es wird empfohlen, die Blindwerte der Reagenzien vor deren Benutzung zu prüfen.

9.3 Auswahl der analytischen Technik

Die Analyse ist entweder mittels der in 9.4 beschriebenen GFAAS-Methode oder der in 9.5 beschriebenen ICP-MS-Methode durchzuführen.