

DIN EN 15980

Diese Norm ist Bestandteil des VDI/DIN-Handbuches Reinhaltung der Luft, Band 5
ICS 13.040.01

**Luftqualität –
Bestimmung der Deposition von Benz[a]anthracen,
Benzo[b]fluoranthen, Benzo[j]fluoranthen, Benzo[k]fluoranthen,
Benzo[a]pyren, Dibenz[a,h]anthracen und Indeno[1,2,3-cd]pyren;
Deutsche Fassung EN 15980:2011**

Air quality –

Determination of the deposition of benz[a]anthracene, benzo[b]fluoranthene, benzo[j]fluoranthene, benzo[k]fluoranthene, benzo[a]pyrene, dibenz[a,h]anthracene and indeno[1,2,3-cd]pyrene;
German version EN 15980:2011

Qualité de l'air –

Détermination du benz[a]anthracène, benzo[b]fluoranthène, benzo[j]fluoranthène, benzo[k]fluoranthène, benzo[a]pyrène, dibenz[a,h]anthracène et indeno[1,2,3-cd]pyrène dans les dépôts atmosphériques;
Version allemande EN 15980:2011

Gesamtumfang 46 Seiten

Kommission Reinhaltung der Luft im VDI und DIN - Normenausschuss KRdL

Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm (EN 15980:2011) wurde im Europäischen Komitee für Normung (CEN) in der Arbeitsgruppe WG 21 „Messverfahren für Benzo[*a*]pyren“ (Sekretariat: DIN, Deutschland) des Technischen Komitees CEN/TC 264 „Luftbeschaffenheit“ (Sekretariat: DIN, Deutschland) unter Mitwirkung deutscher Experten, die von der Kommission Reinhaltung der Luft im VDI und DIN – Normenausschuss KRdL – benannt worden sind, erarbeitet.

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 5725-2	siehe	DIN ISO 5725-2
ISO 12884	siehe	DIN ISO 12884
ISO 16362	siehe	DIN ISO 16362
ISO/IEC Guide 98-3	siehe	DIN V ENV 13005

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 5725-2, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

DIN ISO 12884, *Außenluft — Bestimmung der Summe gasförmiger und partikelgebundener polycyclischer aromatischer Kohlenwasserstoffe — Probenahme auf Filtern mit nachgeschalteten Sorbenzien und anschließender gaschromatographischer/massenspektrometrischer Analyse*

DIN ISO 16362, *Außenluft — Bestimmung partikelgebundener aromatischer Kohlenwasserstoffe mit Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie*

DIN V ENV 13005, *Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen*

VDI 4320 Blatt 1, *Messung atmosphärischer Depositionen — Probenahme mit Bulk- und Wet-only-Sammlern — Grundlagen*

VDI 4320 Blatt 2, *Messen atmosphärischer Depositionen — Bestimmung des Staubniederschlags nach der Bergerhoff-Methode*

Deutsche Fassung

Luftqualität —
Bestimmung der Deposition von Benz[a]anthracen,
Benzo[b]fluoranthen, Benzo[j]fluoranthen, Benzo[k]fluoranthen,
Benzo[a]pyren, Dibenz[a,h]anthracen und Indeno[1,2,3-cd]pyren

Air quality —
Determination of the deposition of benz[a]anthracene,
benzo[b]fluoranthene, benzo[j]fluoranthene,
benzo[k]fluoranthene, benzo[a]pyrene,
dibenz[a,h]anthracene and indeno[1,2,3-cd]pyrene

Qualité de l'air —
Détermination du benzo[a]anthracène,
benzo[b]fluoranthène, benzo[j]fluoranthène,
benzo[k]fluoranthène, benzo[a]pyrène,
dibenz[a,h]anthracène et indeno[1,2,3-cd]pyrène dans les
dépôts atmosphériques

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 21. April 2011 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 des CEN-CENELEC 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, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, 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: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen.....	5
3 Begriffe	5
4 Symbole und Abkürzungen	7
4.1 Symbole	7
4.2 Abkürzungen	8
5 Kurzbeschreibung	8
6 Apparatur, Reagenzien und Materialien	9
6.1 Reagenzien	9
6.2 Materialien	9
6.3 Probennahmeausrüstung	9
6.4 Laborausrüstung	9
7 Probennahme	10
7.1 Allgemeines	10
7.2 Probennahmeort	10
7.3 Anforderungen an die Probennahme	11
7.4 Probentransport.....	11
8 Probenvorbereitung und -analyse	12
8.1 Lagerung der Proben	12
8.2 Extraktion	12
8.3 Analyse	12
8.4 Störeinflüsse	12
9 Qualitätssicherung	12
10 Berechnung der Ergebnisse.....	13
11 Verfahrenskenngrößen	14
12 Unsicherheit	14
13 Angabe der Ergebnisse im Prüfbericht	14
Anhang A (informativ) Im Feldtest eingesetzte Sammler.....	15
Anhang B (normativ) Aufbereitung von Depositionsproben für die PAH-Analyse	19
Anhang C (normativ) Analysenbedingungen	26
Anhang D (informativ) In Labor- und Feldtests bestimmte Verfahrenskenngrößen	29
Anhang E (informativ) Zusammenhang zwischen dieser Europäischen Norm und den grundlegenden Anforderungen von EU-Richtlinien.....	43
Literaturhinweise	44

Vorwort

Dieses Dokument (EN 15980:2011) 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 November 2011, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis November 2011 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Texte dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN [und/oder CENELEC] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

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

Einleitung

Die Richtlinie 2004/107/EG [2] fordert die Messung der „Gesamtablagerung oder bulk deposition“ von Benz[*a*]anthracen (BaA), Benzo[*b*]fluoranthen (BbF), Benzo[*j*]fluoranthen (BjF), Benzo[*k*]fluoranthen (BkF), Benzo[*a*]pyren (BaP), Dibenz[*a,h*]anthracen (DBahA) und Indeno[1,2,3-*cd*]pyren (INP) an Hintergrundmessstellen, eine für jeweils 100 000 km². Anstelle einer Bulk-Probennahme kann auch eine Wet-only-Probennahme durchgeführt werden, sofern nachgewiesen wird, dass sich die Ergebnisse um weniger als 10 % voneinander unterscheiden. Falls möglich ist die Überwachung mit dem European Monitoring and Evaluation Programme (EMEP) zu koordinieren.

Die Richtlinie verwendet die Begriffe „Gesamtdeposition“ und „Bulk-Deposition“ synonym und definiert sie als die Gesamtmasse der Schadstoffe, die auf einer bestimmten Fläche innerhalb eines bestimmten Zeitraums aus der Atmosphäre auf Oberflächen (z. B. Boden, Vegetation, Gewässer, Gebäude) gelangt. Die genannten polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffe (PAH) sind überwiegend an Partikel gebunden. Es wird angenommen, dass die Masse der PAH, die an nicht sedimentierende Partikel gebunden sind, gering ist im Vergleich zur Masse der Verbindungen, die an sedimentierende nasse und trockene Partikel gebunden sind. Daher wird für die Anwendung dieses Dokuments die Summe der Depositionen von sedimentierenden nassen und trockenen Partikeln (in dieser Europäischen Norm als Bulk-Deposition definiert) und die Gesamtdeposition als im Wesentlichen gleichwertig betrachtet. An Standorten, die ausreichend weit von Hindernissen, z. B. Gebäuden und Bäumen, entfernt sind, kann der Einfluss von spezifischen Oberflächeneigenschaften auf die Deposition von PAH vernachlässigt werden.

Das vorliegende Dokument beschreibt die Messung der Deposition von PAH mit Sammlern, die für Bulk- und Wet-only-Deposition ausgelegt sind. Die Feldvalidierung hat gezeigt, dass der Bulk-Sammler vom Trichter-Flasche-Typ die zuverlässigsten und robustesten Ergebnisse liefert. Deshalb wurde dieser Sammlertyp als Standardsammler ausgewählt.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung der Bulk-Deposition von Benz[a]anthracen (BaA), Benzo[b]fluoranthren (BbF), Benzo[j]fluoranthren (BjF), Benzo[k]fluoranthren (BkF), Benzo[a]pyren (BaP), Dibenz[a,h]anthracen (DBahA) und Indeno[1,2,3-cd]pyren (INP) fest, das im Zusammenhang mit der Richtlinie 2004/107/EG angewendet werden kann. Diese Europäische Norm legt die Leistungsanforderungen fest, die das Verfahren erfüllen muss, um die Datenqualitätsziele dieser Richtlinie zu erreichen.

Das vorliegende Dokument legt Verfahren zur Probennahme, Probenaufbereitung und Analyse unter Anwendung der Gaschromatographie mit massenspektrometrischer Detektion (GC/MS) oder Hochleistungsflüssigkeitschromatographie mit Fluoreszenzdetektion (HPLC/FLD) fest. Der Bulk-Sammler vom Trichter-Flasche-Typ ist der Standardsammler.

Das Verfahren ist anwendbar für Depositionsmessungen in

- ländlichen und entlegenen Gebieten;
- Industriegebieten;
- städtischen Gebieten.

Die Norm ist anwendbar im Bereich von einigen $\text{ng}/(\text{m}^2 \cdot \text{d})$ bis zu einigen Hundert $\text{ng}/(\text{m}^2 \cdot \text{d})$.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

EN 15549:2008, *Luftbeschaffenheit — Messverfahren zur Bestimmung der Konzentration von Benzo[a]pyren in Luft*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Analyse

sämtliche nach der Probenaufbereitung durchgeführten Arbeitsschritte zur Bestimmung der Menge oder der Konzentration der in der Probe vorliegenden interessierenden polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffe

3.2

Bulk-Sammler

ständig zur Atmosphäre offene Vorrichtung zum Auffangen der Bulk-Deposition

ANMERKUNG Im vorliegenden Dokument werden zwei Typen von Bulk-Sammlern beschrieben: ein Bulk-Sammler vom Trichter-Flasche-Typ und ein Topf-Sammler (Bergerhoff-Sammler).

3.3

Bulk-Deposition

Summe der Depositionen von sedimentierenden nassen und trockenen Partikeln

ANMERKUNG Die Bulk-Deposition enthält keine Gase und keine nicht sedimentierenden Partikel. Die Bulk-Deposition und die Gesamtd deposition von polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen werden als im Wesentlichen gleichwertig angesehen.

3.4

Nachweisgrenze

niedrigste Depositionsrates eines Analyten, die unter Anwendung des festgelegten Verfahrens nachweisbar ist

3.5

erweiterte Messunsicherheit

Kennwert, der einen Bereich um das Messergebnis kennzeichnet, von dem erwartet werden kann, dass er einen großen Anteil der Verteilung der Werte umfasst, die der Messgröße vernünftigerweise zugeordnet werden könnten

[ISO/IEC Guide 98-3:2008 [9]]

3.6

Feldblindprobe

künstliche Probe (z. B. destilliertes Wasser), die zur Probennahmestelle transportiert, in die Probennahmeverrichtung gegeben, jedoch nicht der Umgebungsluft ausgesetzt, zurück zum Laboratorium transportiert und auf dieselbe Art und Weise aufgearbeitet wird wie die Depositionsprobe

3.7

Laborblindprobe

künstliche Probe (z. B. destilliertes Wasser), die im Laboratorium auf dieselbe Art und Weise aufgearbeitet wird wie die Depositionsprobe

3.8

Niederschlag

Regen, Schnee, Schneeregen, Graupel, Hagel und Tau

3.9

Probenextraktion

Lösevorgang, dem eine Probe unterworfen wird, um eine Lösung zu erhalten, die den interessierenden Analyten in einem organischen Lösemittel enthält

3.10

Probenaufbereitung

sämtliche Arbeitsschritte, die nach Transport und Lagerung an einer Probe durchgeführt werden, um diese für die Analyse vorzubereiten

ANMERKUNG Derartige Arbeitsschritte sind z. B. Extraktion, Reinigung, Eindampfen, Lösemittelaustausch.

3.11

Standardunsicherheit

als Standardabweichung ausgedrückte Unsicherheit des Ergebnisses einer Messung

[ISO/IEC Guide 98-3:2008 [9]]

3.12

Unsicherheit (einer Messung)

Messunsicherheit

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

[ISO/IEC Guide 98-3:2008 [9]]

3.13

Wet-only-Sammler

nur während Niederschlagsereignissen zur Atmosphäre offene Vorrichtung zum Auffangen der nassen Deposition, bestehend aus einer Trichter-Flasche-Kombination

4 Symbole und Abkürzungen

4.1 Symbole

A	Fläche des Querschnitts der Sammleröffnung;
$\bar{c}$	Mittelwert der Konzentration einer Verbindung in einer Lösung;
$\bar{c}_i$	Mittelwert der Konzentration einer Verbindung, ermittelt vom Laboratorium i ;
c_j	Konzentration einer Verbindung in der Lösung j ;
$d_{(1,j)}$	Deposition im Sammler 1;
$d_{(2,j)}$	Deposition im Sammler 2;
D_a	Depositionsrates der Verbindung a ;
$D_{L,a}$	Nachweisgrenze der Verbindung a ;
$D_{M,a}$	kleinste nachweisbare Masse der Verbindung a ;
k	Erweiterungsfaktor;
m_a	Masse der Verbindung a ;
$m_{a,d}$	ermittelte Masse der Verbindung a ;
$\bar{m}_a$	Mittelwert der Laborblindwerte;
$m_{a,i}$	einzelner Laborblindwert für Verbindung a ;
n	Anzahl der Messungen;
rss	Summe der quadrierten Residuen der Anpassung;
s_i	laborinterne Standardabweichung;
s_L	Standardabweichung zwischen den Laboratorien;
s_d	Standardabweichung zwischen den Sammlern;
s_R	Vergleichsstandardabweichung;
s_{ri}	Wiederholstandardabweichung von Laboratorium i ;
S_m	Masse des der Probe zugegebenen Surrogatstandards;
S_d	Masse des im Probenextrakt ermittelten Surrogatstandards;
$S_{lb,a}$	Standardabweichung des Laborblindwertes für Verbindung a ;
t	Probennahmedauer;
$t_{n-1;0,95}$	Studentfaktor für n Messungen und ein 95 %-Vertrauensintervall;
$u_{bc,j}$	Unsicherheit zwischen den Sammlern für Sammlertyp j ;
u_D	Unsicherheit gemessener Depositionen;
u_M	Standardunsicherheit der Depositionsmessung;
$U_p(y)$	erweiterte Unsicherheit des Messwerts y mit einer Überdeckungswahrscheinlichkeit p ;
$w_{bc,j}$	relative Unsicherheit zwischen den Sammlern für Sammlertyp j ;
w_{fit}	zufällige relative Unsicherheit der Anpassungen.

4.2 Abkürzungen

BaA	Benz[a]anthracen
BaP	Benzo[a]pyren
BeP	Benzo[e]pyren
BbF	Benzo[b]fluoranthren
BjF	Benzo[j]fluoranthren
BkF	Benzo[k]fluoranthren
CHR	Chrysen
CRM	Zertifiziertes Referenzmaterial
CPP	Cyclopenta[cd]pyren
DAD	Diodenarraydetektion
DBacA	Dibenz[a,c]anthracen
DBahA	Dibenz[a,h]anthracen
DBajA	Dibenz[a,j]anthracen
DCM	Dichlormethan
EMEP	Programm über die Zusammenarbeit bei der Messung und Bewertung der weiträumigen Übertragung von luftverunreinigenden Stoffen in Europa (European Monitoring and Evaluation Programme)
FLD	Fluoreszenzdetektion
GC	Gaschromatographie
HPLC	Hochleistungsflüssigkeitschromatographie
INP	Indeno[1,2,3-cd]pyren
MS	Massenspektrometrie
PAH	Polycyclische aromatische Kohlenwasserstoffe
PTFE	Polytetrafluorethylen
QA/QC	Qualitätssicherung/Qualitätslenkung
SOP	Standardarbeitsanweisung
SPE	Festphasenextraktion
TRI	Triphenylen
WMO/GAW	World Meteorological Organization / Global Atmosphere Watch

5 Kurzbeschreibung

Mit Bulk-Sammlern vom Trichter-Flasche-Typ werden Depositionsproben zur Bestimmung festgelegter PAH-Verbindungen über einen gemessenen Zeitraum genommen (siehe Abschnitt 7). Die Proben werden über eine Flüssig-Flüssig- oder Festphasenextraktion mit einem organischen Lösemittel aufbereitet (siehe 8.2). Die Identifizierung und Quantifizierung der Substanzen erfolgt entweder mit GC/MS oder HPLC/FLD (siehe 8.3).

6 Apparatur, Reagenzien und Materialien

6.1 Reagenzien

Hochreine Reagenzien:

- Lösemittel: z. B. Aceton, Acetonitril, Cyclohexan, Dichlormethan (DCM), Methanol, Toluol, Wasser;
- Feste Stoffe: NaCl, wasserfreies Na₂SO₄.

6.2 Materialien

- Übliche Labormaterialien;
- Wischmaterial, z. B. Glaswolle, Quarzwolle oder vorextrahierte Baumwolle.

6.3 Probennahmeausrüstung

Bulk-Sammler vom Trichter-Flasche-Typ bestehen aus einem zylinderförmigen Trichter und einem Probensammelgefäß (siehe A.2). Der vertikale Abschnitt des Trichters muss mindestens so hoch sein wie sein Durchmesser. Die Sammelgefäße müssen einen ausreichend hohen zylinderförmigen, vertikalen Abschnitt aufweisen, um Verluste bei der Probennahme durch Verspritzen zu vermeiden. Der Sammler ist ständig zur Atmosphäre offen. Der Sammler muss mit einer Vorrichtung zum Schutz vor Vögeln ausgestattet sein.

Die Querschnittsfläche der Trichteröffnung und die Größe des Sammelgefäßes müssen an die Niederschlagsmenge angepasst sein, die für den gewählten Probennahmezeitraum erwartet wird, um ein Überlaufen zu vermeiden. Typische Probennahmezeiträume liegen zwischen einer Woche und einem Monat. Die Querschnittsfläche der Trichteröffnung muss groß genug sein, um bei einer Mindestniederschlagshöhe von 1 mm je Woche eine ausreichend Menge an Probenmaterial für die Analyse zu liefern.

ANMERKUNG 1 Der Durchmesser des Trichters sollte mindestens 15 cm sein.

Die Trichteröffnung muss sich mehr als 1,5 m über der Geländeoberkante befinden. In Gebieten mit starkem Schneefall kann das Probennahmegerät auf eine Plattform oberhalb des Schnees gestellt werden.

ANMERKUNG 2 Für die Probennahme von Schnee kann ein extra großer und tiefer zylindrischer Sammler verwendet werden (siehe [1]).

Trichter und Sammelgefäß müssen aus Glas hergestellt sein. Falls Verbindungsstücke, die in Kontakt mit dem Probenmaterial kommen, nicht aus Glas gefertigt sind, ist nur PTFE oder ein anderes Fluorelastomer als Material zulässig. Sämtliche Teile müssen leicht zu reinigen sein.

6.4 Laborausrüstung

6.4.1 Allgemeines

Übliche Laborgeräte und die in 6.4.2 und 6.4.3 aufgeführten Geräte sind erforderlich.

6.4.2 Apparatur zur Probenextraktion

Apparatur zur Flüssig-Flüssig- oder Festphasenextraktion (siehe B.2.2.2 und B.2.2.3).

6.4.3 Apparatur für die Probenanalyse

6.4.3.1 HPLC/FLD-Apparatur

Flüssigkeitschromatograph, ausgestattet mit einem Injektionssystem, einer für die PAH-Analyse geeigneten Umkehrphasensäule, einem temperaturgeregelten Ofen, einem Pumpensystem und einer FLD. Außerdem ist eine Einrichtung zum Entgasen des Lösemittels (intern oder extern) erforderlich.

ANMERKUNG Bei hohen PAH-Mengen kann auch die HPLC/DAD-Kombination eingesetzt werden.

6.4.3.2 GC/MS-Apparatur

Gaschromatograph mit einem Split/Splitless-Injektor oder On-column-Injektor, einer für die PAH-Analyse geeigneten Kapillarsäule und einem massenselektiven Detektor.

7 Probennahme

7.1 Allgemeines

Die Feldvalidierung wurde mit Bulk-Sammlern vom Trichter-Flasche-Typ, Topf-Sammlern und Wet-only-Sammlern (siehe Anhang A) durchgeführt. Die Ergebnisse zeigten, dass die mit dem Bulk-Sammler vom Trichter-Flasche-Typ ermittelten PAH-Depositionsraten meistens höher waren als die mit dem Topf- oder dem Wet-only-Sammler ermittelten und die Unsicherheit zwischen den Sammlern beim Bulk-Sammler vom Trichter-Flasche-Typ im Allgemeinen am niedrigsten war (siehe D.4.2). Deshalb ist der Bulk-Sammler vom Trichter-Flasche-Typ als Standardsammler für die Bestimmung der Deposition von BaA, BbF, BjF, BkF, BaP, DBaA und INP zu verwenden.

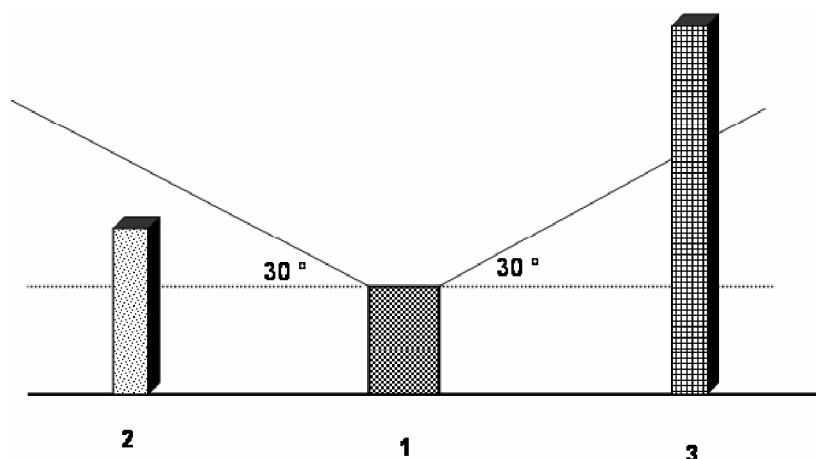
ANMERKUNG Bei hohen Depositionsraten und gemäßigten klimatischen Bedingungen waren die Ergebnisse der Topf-Sammler und der Bulk-Sammler vom Trichter-Flasche-Typ ähnlich. Bei hohen Niederschlagsmengen und niedrigen Temperaturen waren die Ergebnisse der Wet-only-Sammler und Bulk-Sammler vom Trichter-Flasche-Typ ähnlich. Deshalb können in besonderen Fällen andere Sammlertypen, z. B. Wet-only-Sammler und Topf-Sammler, zur Messung der PAH-Depositionen eingesetzt werden, vorausgesetzt die Äquivalenz mit dem Bulk-Sammler vom Trichter-Flasche-Typ wurde nachgewiesen.

7.2 Probennahmeort

Die groß- und kleinräumigen Standortkriterien müssen den Leitlinien der Richtlinie 2004/107/EG [2] entsprechen, die hinsichtlich der Depositionsmessungen in ländlichen Gebieten mit den Leitlinien von EMEP [1] und WMO/GAW [3] abgestimmt wurden.

Der Sammler darf, soweit dies möglich ist, nicht in Gebieten mit starkem Wind (z. B. Küsten, Klippen, Gipfel) exponiert werden, darf aber auch nicht durch hohe Bäume oder Gebäude abgeschirmt werden. Die Luftströmung um den Sammler herum sollte nicht behindert sein und auch nicht durch nahegelegene Hindernisse beeinträchtigt werden. Die Kriterien sind vom Standort abhängig:

- ländlicher Standort: soweit wie möglich keine Auf- oder Abwinde verursachenden Hindernisse, z. B. Bäume, Gebäude, Hecken oder topographische Merkmale oberhalb eines Winkels von 30° vom Rand des Sammlers aus (siehe Bild 1);
- städtische und industrielle Standorte: soweit wie möglich von Gebäuden, Bäumen und sonstigen Hindernissen entfernt.



Legende

- 1 Sammler
- 2 Hindernis, zulässig
- 3 Hindernis, zu hoch

Bild 1 — Lage von die Probennahme beeinflussenden Hindernissen

7.3 Anforderungen an die Probennahme

Die Probennahmeeinrichtung ist so zu handhaben, dass Verunreinigungen vermieden werden. Hautkontakt mit der Expositionsfläche des Sammlers ist zu vermeiden, z. B. durch das Tragen von Baumwollhandschuhen beim Anbringen und Abnehmen des Sammlers. Die Verfahrensweise beim Feldtest ist in B.3 und B.4 beschrieben.

ANMERKUNG 1 Um Beschädigungen der Glasgefäße bei Frost zu verhindern, können – wenn niedrige Temperaturen erwartet werden – vor der Probennahme 100 ml gesättigter NaCl-Lösung eingefüllt werden.

Falls Objekte wie Blätter oder Insekten den Trichterauslass verstopfen, sind sie vorsichtig mit einer Pinzette zu entfernen und mit Wasser zu spülen. Das Spülwasser wird dem gesammelten Regenwasser zugefügt. Der Trichter ist ebenfalls sorgfältig zu spülen.

Die Reinigung des Trichters kann je nach Standortbedingungen entweder am Probennahmeort oder im Laboratorium erfolgen. Teile des Sammlers, die ins Laboratorium transportiert werden, müssen sorgfältig eingewickelt werden, z. B. mit Aluminiumfolie.

ANMERKUNG 2 Die aufgefangene Wassermenge kann durch Wägung des Sammlers vor und nach der Exposition ermittelt werden. Die Niederschlagsrate kann aus der Wassermenge, dem Querschnitt der Trichteröffnung und der Expositionsdauer berechnet werden. Dieser Wert kann mit meteorologischen Daten verglichen werden, um die Plausibilität der Ergebnisse zu prüfen.

Die Ausrüstung ist im Feld so zu lagern, dass Verunreinigungen verhindert werden, z. B. mit Aluminiumfolie umwickelt und an einem sauberen und staubfreien Ort aufbewahrt.

Der Trichter ist zwischen den Expositionen mit Aceton oder Methanol befeuchtetem Wischmaterial zu reinigen und anschließend mit Wasser abzuspülen. Falls erforderlich ist der Trichter zur gründlichen Reinigung ins Laboratorium zu bringen.

Die Probennahmedauer darf einen Monat nicht überschreiten.

Standardarbeitsanweisungen finden sich in Anhang B.

7.4 Probentransport

Die gesammelte Probe, bestehend aus Flüssigkeit und festem Material, und die Lösung der Trichterspülung sind in geeigneten Gefäßen direkt nach Ende der Probennahme ins Laboratorium zu transportieren. Die

Proben sind so kühl wie praktisch möglich zu halten; die Exposition gegenüber Sonnenlicht und Verunreinigungen ist zu vermeiden.

ANMERKUNG 1 Es wird empfohlen, die Temperatur unter 30 °C zu halten.

ANMERKUNG 2 Quellen von Verunreinigungen sind z. B. Kfz-Abgase und Tabakrauch.

8 Probenvorbereitung und -analyse

8.1 Lagerung der Proben

Die Proben sind vor der Aufbereitung gekühlt und im Dunkeln aufzubewahren. Die Probenaufbereitung muss innerhalb eines Monats nach Ende der Probennahme erfolgen.

ANMERKUNG Bei einem Abbauversuch im Rahmen der Verfahrensvalidierung wurde gezeigt, dass sich die Zusammensetzung einer synthetischen Probe (in Regenwasser aufgeschlämmtes CRM (urbaner Staub)), innerhalb des Zeitraums von einem Monat nicht geändert hat.

8.2 Extraktion

Im Labortest wurde gezeigt, dass sowohl die Flüssig-Flüssig-Extraktion in Kombination mit Filtration als auch die Festphasenextraktion (SPE) zur quantitativen Extraktion von PAH geeignet sind. Diese Verfahren werden in Anhang B beschrieben.

8.3 Analyse

Das Analysenverfahren ist in Anhang C beschrieben. Für BaP stimmt es mit dem Verfahren nach EN 15549 überein.

8.4 Störeinflüsse

Ungewöhnliche Ergebnisse, Peakformen oder Retentionszeiten für die PAH können auf Störungen der chromatographischen Trennung hinweisen. Bei GC/MS ist auf Störungen der chromatographischen Trennung hinsichtlich BaA, BbF+BjF+BkF und DBaH und bei HPLC/FLC hinsichtlich BjF zu achten (siehe C.3).

9 Qualitätssicherung

Da die PAH-Konzentrationen in der Luft sehr niedrig sind, können die Messergebnisse fehlerhaft sein, sofern Verunreinigungen oder andere Fehlerquellen nicht durch strenge Vorsichtsmaßnahmen ausgeschlossen werden. Die Laboratorien müssen daher die für die PAH-Probennahme und -analyse in EN 15549:2008, Abschnitt 13, festgelegten Qualitätssicherungsmaßnahmen umsetzen.

Laborgeräte, die zur Lagerung von Proben verwendet werden, sind zuvor gründlich zu reinigen.

Um Verunreinigungen feststellen zu können, sind regelmäßig Labor- und Feldblindproben zu nehmen.