

DIN EN ISO 21832

ICS 13.040.30

Ersatz für
DIN EN 13890:2010-01**Luft am Arbeitsplatz –
Metalle und Metalloide in luftgetragenen Partikeln –
Anforderungen an die Evaluierung von Messverfahren (ISO 21832:2018);
Deutsche Fassung EN ISO 21832:2020**

Workplace air –
Metals and metalloids in airborne particles –
Requirements for evaluation of measuring procedures (ISO 21832:2018);
German version EN ISO 21832:2020

Air des lieux de travail –
Métaux et métalloïdes dans les particules en suspension dans l'air –
Exigences relatives à l'évaluation des procédures de mesure (ISO 21832:2018);
Version allemande EN ISO 21832:2020

Gesamtumfang 52 Seiten

DIN-Normenausschuss Sicherheitstechnische Grundsätze (NASG)

Nationales Vorwort

Der Text von ISO 21832:2018 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 146 „Air quality“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als EN ISO 21832:2020 durch das Technische Komitee CEN/TC 137 „Bewertung der chemischen und biologischen Stoffbelastung am Arbeitsplatz“ übernommen, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 095-03-01 AA „Messstrategien und Anforderungen an Messverfahren“ im DIN-Normenausschuss Sicherheitstechnische Grundsätze (NASG).

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 3534-1:2006	siehe	DIN ISO 3534-1:2009-10
ISO 3696	siehe	DIN ISO 3696
ISO 7708	siehe	DIN ISO 7708
ISO 13137	siehe	DIN EN ISO 13137
ISO 15767	siehe	DIN ISO 15767

Weiterhin wird darauf hingewiesen, dass der technische Inhalt von ISO 20581 dem von DIN EN 482 entspricht.

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN EN 13890:2010-01 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Normtitel geändert;
- b) in Abschnitt 3 wurden die Begriffe „Prüfprobe“ und „Prüflösung“ aufgenommen;
- c) neuer Anhang B hinsichtlich Experimenten zur Verfahrensvalidierung aufgenommen;
- d) bisheriger Abschnitt C.2 durch Verweisung auf ISO 20581:2016, B.2.1, ersetzt;
- e) Tabellen C.1 und C.2 mit Versuchsdaten zur erweiterten Messunsicherheit von Aerosolsammlern für die einatembare und alveolengängige Fraktion aufgenommen;
- f) Norm redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN EN 13890: 2003-02, 2010-01

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 13137, *Arbeitsplatzatmosphäre — Pumpen für die personenbezogene Probenahme von chemischen und biologischen Arbeitsstoffen — Anforderungen und Prüfverfahren*

DIN ISO 3534-1:2009-10, *Statistik — Begriffe und Formelzeichen — Teil 1: Wahrscheinlichkeit und allgemeine statistische Begriffe (ISO 3534-1:2006); Text Deutsch und Englisch*

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen*

DIN ISO 7708, *Luftbeschaffenheit — Festlegung von Partikelgrößenverteilungen für die gesundheitsbezogene Schwebstaubprobenahme*

DIN ISO 15767, *Arbeitsplatzatmosphäre — Kontrolle und Charakterisierung der Unsicherheit beim Wägen von gesammelten Aerosolen*

— Leerseite —

Deutsche Fassung

Luft am Arbeitsplatz —
Metalle und Metalloide in luftgetragenen Partikeln —
Anforderungen an die Evaluierung von Messverfahren
(ISO 21832:2018)

Workplace air —
Metals and metalloids in airborne particles —
Requirements for evaluation of measuring procedures
(ISO 21832:2018)

Air des lieux de travail —
Métaux et métalloïdes dans les particules en suspension
dans l'air —
Exigences relatives à l'évaluation des procédures de
mesure (ISO 21832:2018)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 28. März 2020 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 CEN-CENELEC-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, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, der Republik Nordmazedonien, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



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

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Kurzbeschreibung	8
5 Anforderungen	9
5.1 Verfahrensbeschreibung	9
5.1.1 Einsatzbereich	9
5.1.2 Leistungsfähigkeit des Verfahrens	9
5.1.3 Angaben zur Sicherheit	9
5.1.4 Probenahmegeräte	10
5.1.5 Probenahmepumpen	10
5.1.6 Weitere Anforderungen	10
5.2 Anforderungen an die Leistungsfähigkeit	10
5.2.1 Bestimmungsgrenze (LOQ)	10
5.2.2 Wiederfindungsrate des Analyseverfahrens	11
5.2.3 Erweiterte Messunsicherheit	11
6 Reagenzien und Materialien	11
6.1 Reagenzien	11
6.2 Standardlösungen	11
6.3 Prüfmaterialien	11
6.4 Referenz-Luftproben	12
7 Geräte	12
8 Prüfverfahren	12
8.1 LOD und LOQ	12
8.1.1 Instrumentelle Nachweisgrenze (IDL)	12
8.1.2 LOD und LOQ des Verfahrens	13
8.2 Wiederfindungsrate des Analyseverfahrens	13
8.2.1 Allgemeines	13
8.2.2 Messverfahren für lösliche Metall- und Metalloidverbindungen	13
8.2.3 Messverfahren auf Gesamtmetalle und Gesamtmetalloide, die einen Probenaufschluss erfordern	14
8.2.4 Messverfahren, die keinen Probenaufschluss erfordern	15
8.3 Messunsicherheit	15
8.3.1 Identifizierung von zufälligen und nicht zufälligen Unsicherheitskomponenten	15
8.3.2 Abschätzung individueller Unsicherheitskomponenten	15
8.3.3 Berechnung der erweiterten Messunsicherheit	16
9 Prüfbericht	17
Anhang A (informativ) Anleitung zur Bestimmung der Wiederfindungsrate des Analyseverfahrens	18

A.1	Verfahren für lösliche Metall- und Metalloidverbindungen.....	18
A.2	Verfahren, die einen Probenaufschluss erfordern	18
A.3	Verfahren, die keinen Probenaufschluss erfordern.....	19
Anhang B (informativ) Experimente zur Verfahrensvalidierung.....		20
Anhang C (informativ) Abschätzung der Messunsicherheit		21
C.1	Allgemeines	21
C.2	Unsicherheit in Zusammenhang mit dem Probeluftvolumen	21
C.3	Unsicherheit in Zusammenhang mit dem Probenahmewirkungsgrad	22
C.3.1	Allgemeines	22
C.3.2	Unsicherheit bei Aerosolsammlern, die mit dem Verfahren nach EN 13205-2 geprüft wurden	22
C.3.3	Unsicherheit bei Aerosolsammlern, die mit dem Verfahren nach EN 13205-4 geprüft wurden	23
C.3.4	Unsicherheit von Aerosolsammlern.....	24
C.3.5	Wirkungsgrad des Sammelsubstrats	27
C.4	Unsicherheit in Zusammenhang mit der Lagerung und dem Transport der Probe	27
C.4.1	Lagerung der Probe	27
C.4.2	Transport	28
C.5	Unsicherheit in Zusammenhang mit der Wiederfindungsrate des Analyseverfahrens.....	28
C.5.1	Allgemeines	28
C.5.2	Analyse zertifizierter Referenzmaterialien und/oder von Reinverbindungen	28
C.5.3	Ringversuche.....	30
C.5.4	Analyse dotierter Sammelsubstrate.....	31
C.5.5	Annehmbarer Bereich der systematischen Messabweichung.....	32
C.5.6	Verfahren, die ein speziell angepasstes Probenvorbereitungsverfahren einschließen.....	32
C.6	Unsicherheit in Zusammenhang mit der analytischen Variabilität.....	32
C.6.1	Allgemeines	32
C.6.2	Bereich der Probenbeladungen, in dem die analytische Variabilität abzuschätzen ist.....	32
C.6.3	Abschätzung unter Verwendung von Angaben zur Wiederholpräzision.....	33
C.6.4	Abschätzung mithilfe laboreigener Vergleichsdaten.....	37
C.6.5	Subtraktion des Blindwerts.....	37
C.7	Berechnung der kombinierten Standardunsicherheit.....	39
C.7.1	Zufällige und nicht zufällige Komponenten der Unsicherheit bei der Probenahme und der Unsicherheit bei der Analyse	39
C.7.2	Kombinierte zufällige und nicht zufällige Standardunsicherheit des Messverfahrens	39
C.7.3	Kombinierte Standardunsicherheit des Messverfahrens.....	40
C.8	Berechnung der erweiterten Messunsicherheit	40
Anhang D (informativ) Interpolation der Standardabweichung.....		41
Anhang E (informativ) Beispiel für die Abschätzung der erweiterten Messunsicherheit.....		43
Literaturhinweise.....		47

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 21832:2018 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 146 „Air quality“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als EN ISO 21832:2020 durch das Technische Komitee CEN/TC 137 „Bewertung der chemischen und biologischen Stoffbelastung am Arbeitsplatz“ übernommen, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Oktober 2020, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Oktober 2020 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ersetzt EN 13890:2009.

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

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 21832:2018 wurde von CEN als EN ISO 21832:2020 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 146, *Air quality*, Unterkomitee SC 2, *Workplace atmospheres* erarbeitet.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

Einleitung

Die Gesundheit von Arbeitnehmern ist in vielen Branchen durch die Exposition über das Einatmen von toxischen Metallen und Metalloiden gefährdet. Vertreter des berufsbedingten Arbeits- und Gesundheitsschutzes und andere Fachleute des Gesundheitswesens müssen die Wirksamkeit der Maßnahmen zur Kontrolle der Exposition der Arbeitnehmer ermitteln, und dies wird im Allgemeinen durch Luftmessungen am Arbeitsplatz erreicht. Dieses Dokument wurde veröffentlicht, um ein Verfahren zur Verfügung zu stellen, mit dem valide Ultraspuren-Expositionsmessungen für ein breites Spektrum von Metallen und Metalloiden, die in der Industrie verwendet werden, durchgeführt werden können. Es richtet sich an: Institutionen, die sich mit Gesundheit und Sicherheit am Arbeitsplatz befassen, Vertreter des berufsbedingten Arbeits- und Gesundheitsschutzes und andere Fachleute des Gesundheitswesens, Analyselabore und industrielle Anwender von Metallen und Metalloiden sowie deren Mitarbeiter.

Dieses Dokument bietet einen Rahmen zur Beurteilung der Leistungsfähigkeit von Verfahren zur quantitativen Bestimmung von Metallen und Metalloiden in Abhängigkeit von den allgemeinen Anforderungen an die Leistungsfähigkeit von Verfahren zur quantitativen Bestimmung chemischer Arbeitsstoffe in Arbeitsplatzatmosphären nach ISO 20581. Es ermöglicht Entwicklern und Anwendern von Verfahren zur quantitativen Bestimmung von Metallen und Metalloiden in luftgetragenen Partikeln eine einheitliche Herangehensweise an die Verfahrensvalidierung. Siehe Anhang B.

Obwohl dieses Dokument zur Beurteilung der Leistungsfähigkeit von Verfahren zur quantitativen Bestimmung von Metallen und Metalloiden erstellt wurde, kann es als Grundlage zur Beurteilung der Leistungsfähigkeit von Verfahren zur quantitativen Bestimmung weiterer chemischer Arbeitsstoffe verwendet werden, die als luftgetragene Partikel oder in diesen vorliegen, wie zum Beispiel Schwefelsäurenebel.

Diesem Dokument liegt die vom Europäischen Komitee für Normung (CEN) herausgegebene EN 13890:2009 [14] zugrunde.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt Anforderungen an die Leistungsfähigkeit sowie Prüfverfahren zur Evaluierung von Messverfahren zur quantitativen Bestimmung von Metallen und Metalloiden in luftgetragenen Partikeln fest, die auf einem geeigneten Substrat, z. B. einem Filter, gesammelt wurden.

Dieses Dokument legt, wie nach ISO 20581 vorgeschrieben, ein Verfahren fest, mit dem Unsicherheiten, die mit zufälligen und systematischen Fehlern zusammenhängen, abgeschätzt werden können. Außerdem wird deren Kombination zum Berechnen der erweiterten Unsicherheit des Messverfahrens als Ganzes vorgeschrieben.

Dieses Dokument ist anzuwenden für Messverfahren, bei denen Probenahme und Analyse in getrennten Schritten durchgeführt werden. Es werden jedoch keine Leistungsanforderungen für die Sammlung, den Transport und die Lagerung von Proben festgelegt, da diese Aspekte in EN 13205-1 und ISO 15767 behandelt werden.

Dieses Dokument ist nicht anzuwenden für Verfahren zur quantitativen Bestimmung von Metallen und Metalloiden, die in anorganischen Gasen oder Dämpfen vorhanden sind, wie z. B. von Quecksilber, Arsen, oder für Verfahren zur quantitativen Bestimmung von Metallen und Metalloiden in Verbindungen, die als Partikel-Dampf-Gemisch vorliegen könnten (z. B. Arsentrioxid).

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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).

ISO 3696, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*

ISO 7708, *Air quality — Particle size fraction definitions for health-related sampling*

ISO 13137, *Workplace atmospheres — Pumps for personal sampling of chemical and biological agents — Requirements and test methods*

ISO 18158, *Workplace air — Terminology*

ISO 20581:2016, *Workplace air — General requirements for the performance of procedures for the measurement of chemical agents*

EN 13205-1, *Exposition am Arbeitsplatz — Beurteilung der Leistungsfähigkeit von Sammlern für die Messung der Konzentration luftgetragener Partikel — Teil 1: Allgemeine Anforderungen*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 18158 und die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <http://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>

3.1

Prüfprobe

Probe, die vorbereitet wurde, um alle festgelegten Prüfbedingungen zu erfüllen

[QUELLE: ISO 11323:2010, 5.6]

3.2

Prüflösung

Lösung, die durch Probenaufschluss hergestellt und, falls erforderlich, weiteren Vorgängen unterzogen wurde, um diese in einen analysebereiten Zustand zu bringen

[QUELLE: ISO 8518:2001, 3.4.4]

4 Kurzbeschreibung

Für Messverfahren, die einen Probenaufschluss erfordern, werden die instrumentellen Nachweisgrenzen (IDLs, en: instrumental detection limits) durch die wiederholte Analyse von Kalibrier-Blindlösungen bestimmt. Für alle Messverfahren werden die Nachweisgrenzen (LOD, en: limit of detection) und die Bestimmungsgrenzen (LOQ, en: limit of quantification) durch die Analyse von Labor-Blindproben bestimmt. Typischerweise werden die LOD und LOQ als dreifache bzw. zehnfache Standardabweichung von Blindwertmessungen ermittelt. Die ermittelten LOQs werden dann anhand der in 5.2.1 festgelegten Anforderungen an die Leistungsfähigkeit bewertet. Für die Definitionen dieser Begriffe siehe ISO 18158.

Die Wiederfindungsrate des Analyseverfahrens wird durch eine Anzahl unterschiedlicher Verfahren in Abhängigkeit von der Art des zu bewertenden Messverfahrens bestimmt. Die bestimmte Wiederfindungsrate des Analyseverfahrens wird dann anhand der in 5.2.2 genannten Leistungsanforderungen bewertet.

Bei Messverfahren für lösliche Metall- und Metalloidverbindungen wird die Wiederfindungsrate des Analyseverfahrens durch die Analyse dotierter Labor-Blindproben bestimmt (ausgenommen sind Verfahren, die ein speziell angepasstes Aufschlussverfahren, siehe A.1.1, einschließen, bei denen die Wiederfindungsrate des Analyseverfahrens mit 100 % angenommen wird).

Bei Messverfahren für Gesamtmetalle und -metalloide, die einen Probenaufschluss erfordern, wird die Wiederfindungsrate des Analyseverfahrens durch die Analyse von Reinverbindungen, Referenzmaterialien oder Referenz-Luftproben bestimmt.

Bei Messverfahren für Gesamtmetalle und -metalloide, die eine Analyse der Probe auf dem Sammelsubstrat erfordern, wird die Wiederfindungsrate des Analyseverfahrens durch die Analyse von Referenz-Luftproben, durch die Analyse von Luftproben am Arbeitsplatz, die durch die nachfolgende Untersuchung mithilfe eines Referenzverfahrens charakterisiert werden oder durch eine theoretische Abschätzung bestimmt.

Die Messunsicherheit wird mithilfe eines strukturierten Vorgehens abgeschätzt. Zuerst wird ein Ursache-Wirkungs-Diagramm erstellt, um die einzelnen zufälligen und nicht zufälligen Unsicherheitskomponenten eines Messverfahrens zu kennzeichnen. Nach der Vereinfachung zum Auflösen einer möglichen Wiederholung der Unsicherheitskomponenten wird das sich ergebende Diagramm verwendet, um die Komponenten zu kennzeichnen, für die Abschätzungen der Unsicherheit erforderlich sind. Jede dieser Unsicherheitskomponenten wird dann abgeschätzt oder aus den Versuchsdaten berechnet, kombiniert, um einen Schätzwert für die Unsicherheit des gesamten Messverfahrens zu erhalten, und mit einem geeigneten Erweiterungsfaktor multipliziert, um die erweiterte Unsicherheit des Verfahrens entsprechend der in Anhang C angegebenen Anleitung zu berechnen. In Übereinstimmung mit 5.2.3 wird die erweiterte Unsicherheit dann im Vergleich mit den in ISO 20581 festgelegten allgemeinen Anforderungen an die Leistungsfähigkeit bestimmt.

ANMERKUNG Für ein Beispiel zur Berechnung der erweiterten Messunsicherheit siehe Anhang E.

5 Anforderungen

5.1 Verfahrensbeschreibung

5.1.1 Einsatzbereich

Der Einsatzbereich des Messverfahrens muss mindestens Angaben zu folgenden Punkten umfassen:

- a) durch das Messverfahren erfasste Metalle und Metalloide;
- b) die in dem Messverfahren angewendete(n) Analysetechnik(en);
- c) der Bereich der Konzentrationen an Metallen und Metalloiden in Luft, für den das Messverfahren gezeigt hat, dass es die Annahmekriterien für die erweiterte Messunsicherheit nach ISO 20581 erfüllt, sowie das zugehörige empfohlene Probeluftvolumen (z. B. $0,01 \text{ mg} \cdot \text{m}^{-3}$ bis $0,5 \text{ mg} \cdot \text{m}^{-3}$ für ein Probeluftvolumen von 960 l);
- d) alle Formen von Metallen und Metalloiden, für die das beschriebene Verfahren der Probenvorbereitung als unwirksam bekannt ist oder sich als unwirksam erwiesen hat; und
- e) alle bekannten Störkomponenten.

Falls kein Verfahren zur Messung eines bestimmten Metalls oder Metalloids existiert, das die Anforderungen dieses Dokuments erfüllt, sollte ein Messverfahren angewendet werden, dessen Leistungsfähigkeit den festgelegten Anforderungen möglichst nahe kommt.

5.1.2 Leistungsfähigkeit des Verfahrens

Für alle Metalle und Metalloide, die der Einsatzbereich des Verfahrens umfasst, muss das Messverfahren umfassende Angaben zur Leistungsfähigkeit des Verfahrens, einschließlich der folgenden Parameter, machen:

- a) die LOQ und, falls erforderlich, die LODs des Messverfahrens;
- b) die Wiederfindungsrate des Analyseverfahrens für alle Prüfmaterialien, für die sich die beschriebene Probenvorbereitung als geeignet erwiesen hat;
- c) alle zufälligen und nicht zufälligen Unsicherheitskomponenten des Messverfahrens, zusammen mit deren abgeschätzten oder experimentell bestimmten Werten und der sich ergebenden erweiterten Messunsicherheit;
- d) sofern vorhanden, sämtliche Einzelheiten über alle bekannten Störkomponenten, einschließlich geeigneter und ausreichender Angaben, wie deren Auswirkungen verringert werden können.

5.1.3 Angaben zur Sicherheit

Für das Messverfahren sind geeignete und ausreichende Angaben über die Gefährdungen zu machen, die von den im Verfahren verwendeten Reagenzien und Geräten ausgehen.

5.1.4 Probenahmegeräte

Im Messverfahren muss festgelegt sein, dass

- vom Anwender gefordert wird, Probenahmegeräte zu wählen, die dafür ausgelegt sind, eine geeignete Größenfraktion von luftgetragenen Partikeln nach ISO 7708 zu sammeln; entsprechend der (den) Größenfraktion(en), die für den Arbeitsplatzgrenzwert (OELV, en: occupational exposure limit value) der interessierenden Metalle und Metalloide anwendbar ist (sind) (z. B. ein Sammler für die einatembare Fraktion, ein Sammler für die thorakale Fraktion oder ein Sammler für die alveolengängige Fraktion),
- die Probenahmegeräte den Festlegungen nach EN 13205-1 entsprechen müssen,
- sofern zutreffend, für Verfahren, die keinen Probenaufschluss erfordern, die Kalibrierung des zu verwendenden Analysegeräts (zum Beispiel Röntgenfluoreszenzspektrometrie [(XRF), en: X-ray fluorescence spectrometry], für den zu verwendeten Sammler spezifisch ist.

5.1.5 Probenahmepumpen

Das Messverfahren muss den Anspruch an den Anwender stellen, Probenahmepumpen zu verwenden, die den Festlegungen nach ISO 13137 entsprechen.

5.1.6 Weitere Anforderungen

Sofern erforderlich sind im Messverfahren weitere Anforderungen anzugeben (z. B. für das Sammelsubstrat).

5.2 Anforderungen an die Leistungsfähigkeit

5.2.1 Bestimmungsgrenze (LOQ)

Für jedes Metall und Metalloid, das der Einsatzbereichs des Messverfahrens einschließt, muss die untere Grenze des Arbeitsbereichs des Verfahrens bestimmt werden, die für die vorgesehene Messaufgabe als ausreichend angesehen wird. Wenn z. B. die Messaufgabe darin besteht, die Einhaltung von Langzeit-OELVs zu prüfen, wird Gleichung (1) angesetzt, um die zu bestimmende Mindestmenge des Metalls oder Metalloids zu berechnen, die nötig ist, falls diese in einer Konzentration in Höhe eines Zehntels von dessen OELV zu bestimmen ist:

$$m_{\text{low}} = 0,1 \rho_{\text{LV}} \cdot q_{\text{v,a}} \cdot t_{\text{s,min}} \quad (1)$$

Dabei ist

- m_{low} die untere Grenze des geforderten Analysebereichs des Metalls oder Metalloids, in Mikrogramm;
- ρ_{LV} der OELV für das Metall oder Metalloid, in Milligramm je Kubikmeter;
- $q_{\text{v,a}}$ der bemessene Durchfluss des zu verwendenden Probenahmegeräts, in Liter je Minute;
- $t_{\text{s,min}}$ die Mindestprobenahmedauer, die angewandt wird, in Minuten.

Für Verfahren, die einen Probenaufschluss erfordern, wird die untere Grenze des für jedes Metall und Metalloid geforderten Arbeitsbereichs, in Mikrogramm je Milliliter, mittels Division der unteren Grenze des geforderten Arbeitsbereichs, in Mikrogramm, durch das Volumen der Prüflösung, in Milliliter, berechnet. Bei der Prüfung nach 8.1.2.1 müssen die ermittelten LOQs niedriger sein als die resultierenden Werte.

Für Verfahren, die keinen Probenaufschluss erfordern, müssen bei Prüfung nach 8.1.2.2 die ermittelten LOQs für jedes Metall und Metalloid niedriger sein als die untere Grenze des geforderten Arbeitsbereichs, in Mikrogramm.

5.2.2 Wiederfindungsrate des Analyseverfahrens

Bei allen in den Anwendungsbereich des Messverfahrens fallenden Materialtypen muss die mittlere Wiederfindungsrate des Analyseverfahrens bei Prüfung nach einem der in 8.2 beschriebenen Verfahren mindestens 90 % betragen und der Variationskoeffizient der Wiederfindungsrate des Analyseverfahrens muss kleiner als 5 % sein.

ANMERKUNG Der Vorgängerbegriff von "Variationskoeffizient" ist der veraltete Begriff „relative Standardabweichung“. Siehe hierzu auch ISO 3534-1:2006, 2.38, Anmerkung 2 zum Begriff [1].

5.2.3 Erweiterte Messunsicherheit

Die erweiterte Messunsicherheit des Messverfahrens muss den Anforderungen nach ISO 20581 entsprechen.

6 Reagenzien und Materialien

6.1 Reagenzien

Bei der Analyse dürfen nur analysenreine Reagenzien verwendet werden sowie ausschließlich Wasser, das den Anforderungen der Qualität 2 nach ISO 3696 entspricht (elektrische Leitfähigkeit geringer als $0,1 \text{ mS} \cdot \text{m}^{-1}$, d. h. Widerstand größer als $0,01 \text{ M}\Omega \cdot \text{m}$ bei 25°C).

Das verwendete Wasser sollte einem Wasseraufbereitungssystem entstammen, das ultrareines Wasser mit einem elektrischen Widerstand oberhalb von $0,18 \text{ M}\Omega \cdot \text{m}$ liefert (dies wird vom Hersteller des Wasserreinigungssystems üblicherweise als $18 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ Wasser bezeichnet).

6.2 Standardlösungen

Es müssen Standardlösungen mit Konzentrationen der interessierenden Metalle und Metalloide verwendet werden, die auf nationale und/oder internationale Standards rückführbar sind.

Bei Verwendung handelsüblicher Standardlösungen müssen das Verfallsdatum beachtet bzw. die empfohlene Verwendungsdauer des Herstellers eingehalten werden.

6.3 Prüfmateriale

Für jedes Metall oder Metalloid muss ein Spektrum von Prüfmateriale verwendet werden, das für die interessierenden Substanzen repräsentativ ist und in der Arbeitsplatzatmosphäre vorhanden sein könnte.

Bei den Prüfmateriale muss es sich um Reinverbindungen bekannter Zusammensetzung, zertifizierte Referenzmateriale oder andere gut beschriebene Materiale handeln (z. B. Materiale, die in einem Ringversuch beschrieben wurden).

Bei der Verwendung zertifizierter Referenzmateriale ist den Anweisungen des Herstellers Folge zu leisten.

Sofern für eine spezifische Verbindung ein OELV vorliegt, sollte diese Verbindung in die Liste der Referenzmateriale aufgenommen werden.

Für ein Verfahren, das allgemein anwendbar sein soll, sollte das Spektrum der Referenzmateriale Verbindungen und Materiale im industriellen Einsatz sowie Verbindungen und Materiale umfassen, die durch die Arbeitstätigkeit erzeugt werden könnten.

ANMERKUNG 1 Es ist von Bedeutung, dass die Partikelgröße der Referenzmaterialien soweit wie möglich derjenigen der analysierten Partikel entspricht, da einatembare Partikel im Vergleich zu groben Schüttgütern oftmals viel kleiner und viel leichter lösbar sind.

ANMERKUNG 2 Zertifizierte Referenzmaterialien (CRMs, en: certified reference materials), die durch ein bestimmtes Probenaufschlussverfahren charakterisiert sind, sind möglicherweise als Prüfmaterial ungeeignet.

6.4 Referenz-Luftproben

Es müssen Staubproben von Sammelsubstraten (z. B. luftgetragene Partikel, die auf Filtern mit einem Sammelsystem für multiple Proben gesammelt wurden) verwendet werden, deren Beladung mit den interessierenden Metallen und Metalloiden bekannt ist oder gemessen wurde. Die Beladung sollte innerhalb des Arbeitsbereichs des Verfahrens liegen.

Besondere Techniken zur Herstellung von Referenz-Luftproben, wie in A.3 beschrieben, sollten in Betracht gezogen werden, wenn ein Probenaufschluss nicht erforderlich ist.

7 Geräte

Übliche Laborgeräte und Hilfsmittel sowie, insbesondere, die nachfolgende Prüfausrüstung.

7.1 System zum Aufbringen eines bekannten Volumens einer Standardlösung auf Sammelsubstrate mit einer Genauigkeit besser als 1 %.

7.2 Analysenwaage zum Wägen auf mindestens 0,01 mg, mit Gewichten auf nationale Standards kalibriert und vor Gebrauch mithilfe eines Prüfgewichts geprüft.

7.3 Gerät bzw. Geräte zur Analyse jedes der interessierenden Metalle und Metalloide.

8 Prüfverfahren

8.1 LOD und LOQ

8.1.1 Instrumentelle Nachweisgrenze (IDL)

Bei Messverfahren, die einen Probenaufschluss erfordern, wird die Kalibrier-Blindlösung mindestens zehnmal unter Wiederholbedingungen analysiert.

Falls das Analysengerät kein messbares Signal zeigt, wird eine Prüflösung mit Konzentrationen der interessierenden Metalle oder Metalloide hergestellt, die möglichst deren erwarteten Nachweisgrenzen entsprechen, in dem Standardlösungen (6.2) mit einem geeigneten Faktor verdünnt werden. Die Prüflösung wird mindestens zehnmal unter Wiederholbedingungen analysiert.

ANMERKUNG Eine IDL (en: instrumental detection limit) ist zur Identifizierung von Veränderungen der Leistungsfähigkeit des Geräts nützlich, diese ist jedoch nicht das Gleiche wie die LOD eines Verfahrens. Eine IDL ist wahrscheinlich niedriger als die LOD eines Verfahrens, da diese nur die Variabilität zwischen einzelnen instrumentellen Messungen berücksichtigt; bei Bestimmungen auf der Grundlage von einer Lösung werden die Beiträge infolge der Variabilität der Matrix oder Probe nicht berücksichtigt.