

DIN EN 13649

Diese Norm ist Bestandteil des VDI/DIN-Handbuches Reinhaltung der Luft, Band 5
ICS 13.040.40

Einsprüche bis 2011-07-09
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 13649:2002-05

Entwurf

**Emissionen aus stationären Quellen –
Bestimmung der Massenkonzentration von einzelnen gasförmigen
organischen Verbindungen –
Aktivkohleadsorptions- und Lösemitteldesorptionsverfahren;
Deutsche Fassung prEN 13649:2011**

Stationary source emissions –
Determination of the mass concentration of individual gaseous organic compounds –
Active carbon and solvent desorption method;
German version prEN 13649:2011

Emissions de sources fixes –
Détermination de la concentration massique en composés organiques gazeux
individuels –
Méthode par charbon actif et désorption des solvants;
Version allemande prEN 13649:2011

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2011-05-02 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und
Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses
Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise als Datei per E-Mail an krdl@din.de in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann
im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter
www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder in Papierform an die Kommission Reinhaltung der Luft im VDI und DIN - Normenausschuss KRdL,
40002 Düsseldorf, Postfach 10 11 39 (Hausanschrift: VDI-Platz 1, 40468 Düsseldorf).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten
Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 32 Seiten

Kommission Reinhaltung der Luft im VDI und DIN - Normenausschuss KRdL

Nationales Vorwort

Der europäische Norm-Entwurf EN 13649:2011 wurde im Europäischen Komitee für Normung (CEN) in der Arbeitsgruppe WG 4 „Total gaseous organic carbon (emissions)“ (Sekretariat und Obmannschaft: Vereinigtes Königreich) des Technischen Komitees CEN/TC 264 „Luftbeschaffenheit“ (Sekretariat: DIN, Deutschland) unter Mitwirkung deutscher Experten, die von der Kommission Reinhaltung der Luft (KRdL) im VDI und DIN – Normenausschuss – benannt worden sind, erarbeitet.

Änderungen

Gegenüber DIN EN 13649:2002-05 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) im Abschnitt „Anwendungsbereich“ Anwendungsmöglichkeiten und Geltungsbereich der Norm klargestellt;
- b) die Probenahmestrategie mit EN 15259 abgeglichen, und diese Norm wurde in die Liste der normativen Verweisungen aufgenommen;
- c) das Verfahren der Thermodesorption zur Desorption der organischen Verbindungen von den Sorptionsröhrchen ergänzt;
- d) die Probenahme unter Verwendung eines Kondensationsgefäßes (Kondensatfalle) zur Elimination der Feuchtigkeit aus den Proben ergänzt;
- e) die Probenahme mit Kanistern ergänzt;
- f) in der Norm Anmerkungen mit hilfreichen Informationen für den Anwender ergänzt;
- g) Anhänge mit weitergehenden Hinweisen ergänzt.

Emissionen aus stationären Quellen — Bestimmung der Massenkonzentration von einzelnen gasförmigen organischen Verbindungen — Aktivkohleadsorptions- und Lösemitteldesorptionsverfahren

Emissions de sources fixes — Détermination de la concentration massique en composés organiques gazeux individuels — Méthode par charbon actif et désorption des solvants

Stationary source emissions — Determination of the mass concentration of individual gaseous organic compounds — Active carbon and solvent desorption method

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokument-Stage: CEN-Umfrage
Dokument-Sprache: D

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Grundlagen	6
5 Geräte und Materialien	6
6 Probenahmeverfahren	10
7 Analysenverfahren	12
8 Berechnung der Gaskonzentrationen	16
9 Qualitätskontrolle	16
10 Prüfbericht	17
Anhang A (normativ) Probenahmeeinrichtungen	18
Anhang B (normativ) Weitere Hinweise zur Probenahme mit Thermodesorptionsröhrchen	25
Anhang C (normativ) Lösemittlextraktion von Aktivkohleröhrchen	27
Anhang D (informativ) Sicherheitsmaßnahmen	28
Anhang E (informativ) Wesentliche technische Änderungen	29
Literaturhinweise	30

Vorwort

Dieses Dokument (prEN 13649:2011) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 264 „Luftbeschaffenheit“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 13649:2001 ersetzen.

Dieses Dokument wurde unter einem Mandat erarbeitet, das die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelszone dem CEN erteilt haben.

Die Anhänge A, B, C sind normativ, D und E sind informativ.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt die Durchführung der Probenahme, Aufbereitung und Analyse von einzelnen flüchtigen organischen Verbindungen (VOCs) im Abgas fest, die z. B. bei Prozessen auftreten, bei denen Lösemittel eingesetzt werden. Das hier beschriebene Verfahren ist ein Referenzverfahren.

Die unter Verwendung dieser Norm erzielten Ergebnisse werden als Massenkonzentration (mg/m^3) der gasförmigen organischen Einzelverbindungen angegeben. Diese Norm ist für die Messung von VOCs in einem Konzentrationsbereich anwendbar, der bei etwa $0,5 \text{ mg}/\text{m}^3$ (festes Adsorbens/Lösemittelextraktion) oder bei etwa $0,005 \text{ mg}/\text{m}^3$ (thermische Desorption) beginnt. Die obere Grenze ist vom gewählten Verfahren abhängig.

Alternative Verfahren können unter der Voraussetzung angewendet werden, dass der Anwender die Gleichwertigkeit mit diesem Referenzverfahren nach der Technischen Spezifikation CEN/TS 14793 nachweisen kann und damit die Anforderungen der nationalen Akkreditierungsstelle oder Gesetzgebung erfüllt sind.

Diese Norm kann angewendet werden, um Anforderungen zutreffender EU-Richtlinien an entsprechende Messungen zu erfüllen.

Diese Norm darf, sofern eine entsprechende Validierung vorliegt, für andere organische Verbindungen angewendet werden.

Diese Norm ist nicht für die Messung des gesamten organisch gebundenen Kohlenstoffs (TOC) geeignet. Hierfür ist EN 12619 anzuwenden.

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 15259, *Luftbeschaffenheit — Messung von Emissionen aus stationären Quellen — Anforderungen an Messstrecken und Messplätze und an die Messaufgabe, den Messplan und den Messbericht*

EN 14789, *Emissionen aus stationären Quellen — Bestimmung der Volumenkonzentration von Sauerstoff (O_2) — Referenzverfahren — Paramagnetismus*

EN 14790, *Emissionen aus stationären Quellen — Bestimmung von Wasserdampf in Leitungen*

ISO 5725-1, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions*

EN ISO 9169, *Luftbeschaffenheit — Definition und Ermittlung von Verfahrenskenngrößen einer automatischen Messeinrichtung*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Kondensatfalle

Gefäß zum Entfernen der Feuchtigkeit aus dem Probengas

3.2

Desorptionsausbeute

Verhältnis der Masse des wiedergewonnenen organischen Materials zur Masse des auf dem Adsorbens gesammelten organischen Materials, angegeben in Prozent

3.3

Nachweisgrenze

Mindestkonzentration einer Verbindung, die ein auswertbares Signal hervorruft, wie in ISO 9169 angegeben

3.4

Verdünnungsgas

Gas zum Verdünnen des Probengases, um die Kondensation von Wasser zu verhindern

3.5

gasförmiges Abfallprodukt

Lösemitteldämpfe oder andere potentiell giftige oder riechende Dämpfe organischer Chemikalien, die bei im industriellen Maßstab durchgeführten Prozessen auftreten können.

In EU-Richtlinien werden die Grenzwerte in Milligramm je Kubikmeter (mg/m^3) bei Referenzbedingungen von 273 K und 101,3 kPa angegeben, bei Prozessen ohne Verbrennung bezogen auf den feuchten Zustand des Gases und bei Verbrennungsprozesse bezogen auf den trockenen Zustand des Gases.

3.6

Probenahmeröhrchen für die Lösemittlextraktion

handelsübliches, mit Aktivkohle oder einem entsprechenden Adsorbens gefülltes Glasröhrchen

3.7

Probenahmeröhrchen für die thermische Desorption

mit Kappen versehenes und mit einem oder mehreren konditionierten, für die thermische Desorption geeigneten Sorbentien gepacktes Röhrchen aus Edelstahl, Stahl mit inerter Beschichtung oder Glas

3.8

Messunsicherheit

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

3.9

Unsicherheitsbudget

tabellarische Aufstellung aller Unsicherheitsquellen nach ISO 14956 oder ENV 13005 zur Berechnung der Gesamtunsicherheit des Verfahrens bei einem festgelegten Wert

3.10

Gesamtunsicherheit

dem Messergebnis zugeordnete erweiterte kombinierte Standardunsicherheit, berechnet nach ENV 13005

3.11

VOC

Definition aus der Lösemittel-Richtlinie: eine flüchtige organische Verbindung (VOC) ist eine organische Verbindung, die bei 293,15 K einen Dampfdruck von 0,01 kPa oder mehr hat oder eine organische Verbindung, die unter den jeweiligen Verwendungsbedingungen eine entsprechende Flüchtigkeit aufweist. Im Sinne dieser Richtlinie gilt der Kreosotanteil, der bei 293,15 K diesen Dampfdruck übersteigt, als flüchtige organische Verbindung

4 Grundlagen

Die Messung einzelner gasförmiger organischer Verbindungen umfasst drei Schritte: Probenahme, Adsorption und Analyse.

Die Art der Probenahme hängt von den Bedingungen des Abgases ab. Für die Adsorption ist ein geeignetes Medium auszuwählen. Zur Desorption können Lösemittlextraktion oder thermische Desorption angewendet werden. Die Analyse erfolgt durch Gaschromatographie.

5 Geräte und Materialien

5.1 Messverfahren

Das Probengas wird mit einer Pumpe über eine Probenahmeeinrichtung aus dem Abgaskanal entnommen und durch ein Sorptionsröhrchen geleitet. Das Sorptionsröhrchen wird dann einer Lösemittlextraktion oder einer thermischen Desorption unterzogen, und die interessierenden Verbindungen werden gaschromatographisch bestimmt.

Viele der von der Richtlinie 1999/13/EG abgedeckten Prozesse, bei denen Lösemittel eingesetzt werden, erzeugen Abgase mit niedrigem Wassergehalt. Wenn hohe Lösemittelkonzentrationen oder die Kondensation von Wasserdampf erwartet werden, sind Probenahmeeinrichtungen mit Gasverdünnung oder Kondensatfalle einzusetzen, z. B. Probenahmeeinrichtungen mit Auffanggefäß (siehe Anhang A). Beim Einsatz von Probenahmeeinrichtungen mit Kondensatfalle ist das Kondensat zu analysieren.

Wasser in flüssiger Form stört den Sorptionsprozess und darf nicht auf das Sorbens (Aktivkohle oder Sorbentien für die thermische Desorption) gelangen.

Trockenröhrchen, z. B. mit Natriumsulfat, dürfen wegen der Gefahr von VOC-Verlusten nicht verwendet werden.

ANMERKUNG Bei schwerflüchtigen Verbindungen sind Sorptionsverfahren (Aktivkohle oder Sorbentien für die thermische Desorption) nur für die Gasphasenfraction geeignet. Bevor das Probengas das Sorbens erreicht, müssen alle in der Probe enthaltenen Partikel auf Filtern abgefangen worden sein.

5.2 Probenahmeeinrichtung

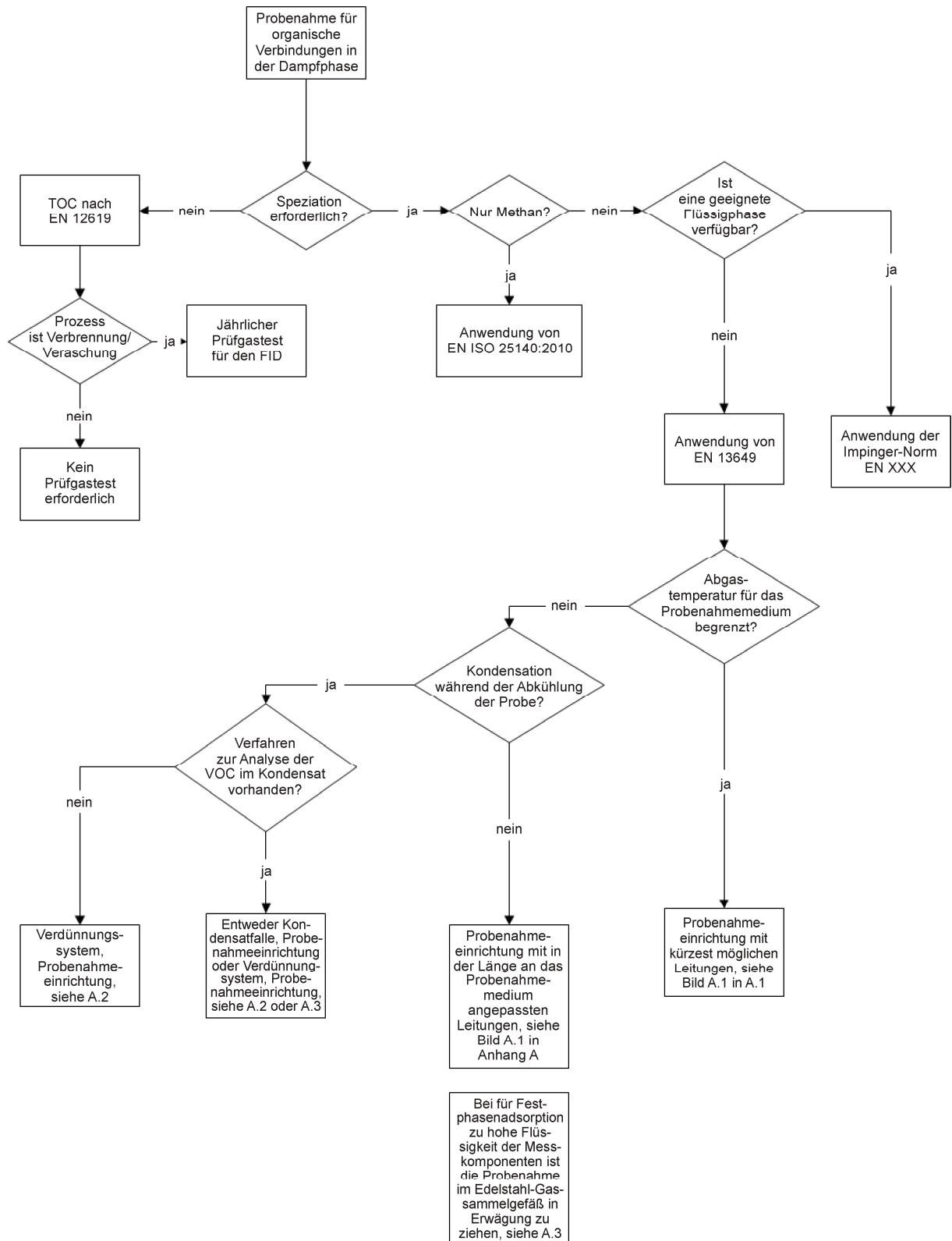


Bild 1 — Entscheidungsweg zur Festlegung des Probennahmeverfahrens

Der Aufbau geeigneter Probenahmeeinrichtungen ist in Anhang A gezeigt.

Alle Teile der Probenahmeeinrichtung müssen aus inerten Werkstoffen bestehen, sodass die Bestimmung der Verbindungen nicht gestört wird. Um Verunreinigungen durch Partikel zu vermeiden, ist ein Staubfilter einzusetzen.

Es können auch alternative Probenahmeverfahren angewendet werden, z. B. Probenahme mit Verdünnung oder Verwendung von Kanistern, siehe Anhang A.

ANMERKUNG Kanister werden vorwiegend für Momentprobenahmen für zeitlich nicht gemittelte Messungen verwendet (siehe Anhang A).

5.3 Probenahmeröhrchen

5.3.1 Probenahmeröhrchen für die Lösemittlextraktion

Sorptionsröhrchen mit Aktivkohle müssen folgende Merkmale aufweisen:

- eine Adsorptionsschicht mit mindestens 100 mg Aktivkohle;
- eine Kontrollschicht zur Feststellung eines Durchbruchs mit mindestens 50 mg Aktivkohle;

ANMERKUNG 1 Geeignet sind NIOSH-Röhrchen, Typ B, gefüllt mit 100 mg Aktivkohle aus Kokosnussschale und 50 mg in der Kontrollschicht. Für höhere Konzentrationen kann ein NIOSH-Röhrchen, Typ G (mit 750 mg Aktivkohle in der Adsorptionsschicht und 250 mg in der Kontrollschicht) verwendet werden.

- inerter Werkstoff des Röhrchens.

ANMERKUNG 2 Ein geeigneter Werkstoff ist Glas. Die Enden noch nicht benutzter Röhrchen sind zugeschmolzen.

Die Probenahmeröhrchen sind als ausreichend sauber anzusehen, wenn die Massen einzelner Artefakte 10 % der Masse nicht überschreiten, die bei der Entnahme von Gasproben bei der niedrigsten interessierenden Konzentration zurückgehalten wird, z. B. 10 % von Emissionsgrenzwerten.

Sorptionsröhrchen sind entsprechend den Herstellerangaben anzuwenden, um Undichtigkeiten und den Verlust von Probenmaterial zu vermeiden. Offene oder benutzte Aktivkohleröhrchen dürfen nicht wieder verwendet werden.

5.3.2 Probenahmeröhrchen für die thermische Desorption

Für die Probenahme organischer gasförmiger Verbindungen und die nachfolgende thermische Desorption sind mit Kappen versehene und mit einem oder mehreren konditionierten, für die thermische Desorption geeigneten Sorbentien gepackte Röhrchen aus Edelstahl, Stahl mit inerter Beschichtung oder Glas zu verwenden. Weitere Einzelheiten finden sich in Anhang B und in EN ISO 16017-1. Das für den Probeneinlass vorgesehene Ende eines identischen zweiten Röhrchens (Kontrollröhrchen) kann mit dem Ausgang des ersten Röhrchens zur Prüfung auf Durchbruch verbunden werden. Weitere Einzelheiten finden sich in 6.3 und Anhang B. Die Verbindungsstücke für die beiden Röhrchen müssen aus inerten Werkstoffen bestehen, z. B. Edelstahl, beschichteter Edelstahl oder PTFE, und dürfen die Enden der Röhrchen nicht beschädigen.

ANMERKUNG 1 Zur Verbindung der Probenahmeröhrchen sind Klemmkupplungen aus Edelstahl (oder aus Stahl mit einer inerten Beschichtung) mit PTFE-Dichtungen geeignet.

Thermodesorptionsröhrchen können mehrfach verwendet werden (üblicherweise > 100 Thermodesorptionen).

ANMERKUNG 2 Da Thermodesorptionsröhrchen mehrfach verwendet werden können und die Röhrchen bei dem Desorptionsprozess neu konditioniert werden, ist darauf zu achten, dass das Artefaktniveau die Messung nicht stört.

Konditionierte Röhrchen sind als ausreichend sauber anzusehen, wenn die Massen der einzelnen Artefakte 10 % der Masse nicht überschreiten, die bei der Entnahme von Gasproben mit der niedrigsten interessierenden Konzentration, z. B. 10 % von Emissionsgrenzwerten, zurückgehalten wird, siehe auch 6.7.