

DIN EN 15852

DIN

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

ICS 13.040.20

Einsprüche bis 2008-11-08

Entwurf

**Außenluftbeschaffenheit –
Standardisiertes Verfahren zur Bestimmung des gesamten gasförmigen
Quecksilbers;
Deutsche Fassung prEN 15852:2008**

Ambient air quality –
Standard method for the determination of total gaseous mercury;
German version prEN 15852:2008

Qualité de l'air ambiant –
Méthode normalisée pour la détermination du mercure gazeux total;
Version allemande prEN 15852:2008

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2008-09-08 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 info@din.de in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an die Kommission Reinhaltung der Luft im VDI und DIN - Normenausschuss KRdL, 40002 Düsseldorf, Postfach 10 11 39 (Hausanschrift: Peter-Müller-Str. 1, 40468 Düsseldorf).

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

Gesamtumfang 44 Seiten

Kommission Reinhaltung der Luft im VDI und DIN - Normenausschuss KRdL



Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 15852:2008) wurde von der Arbeitsgruppe WG 25 „Messverfahren für Quecksilber in der Außenluft und Deposition“ im Technischen Komitee CEN/TC 264 „Luftbeschaffenheit“ unter Mitwirkung deutscher Experten erarbeitet. An der Erstellung dieser Norm waren deutsche Experten der Arbeitsgruppe „Messen von Metallen und Halbmetallen (I)“ des Fachbereiches IV „Umweltmesstechnik“ der Kommission Reinhaltung der Luft im VDI und DIN – Normenausschuss KRdL beteiligt.

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Schriftstücke wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen und andere deutsche Unterlagen hingewiesen:

EN ISO 20988	siehe	DIN EN ISO 20988
ENV 13005	siehe	DIN V ENV 13005
ISO 5725-2	siehe	DIN ISO 5725-2

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 20988, *Luftbeschaffenheit — Leitlinien zur Schätzung der Messunsicherheit*

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

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*

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*

Außenluftbeschaffenheit — Standardisiertes Verfahren zur Bestimmung des gesamten gasförmigen Quecksilbers

Qualité de l'air ambiant — Méthode normalisée pour la détermination du mercure gazeux total

Ambient air quality — Standard method for the determination of total gaseous mercury

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 Symbole und Abkürzungen	7
5 Kurzbeschreibung	10
6 Anforderungen	10
7 Chemikalien	11
8 Geräte	12
9 Betrachtungen hinsichtlich der Probenahme	13
10 Messverfahren	15
11 Qualitätskontrolle	16
12 Berechnung von Ergebnissen	18
13 Abschätzung der Messunsicherheit des Verfahrens und Verfahrenskriterien	20
14 In Feldversuchen bestimmte Verfahrenskenngrößen	23
15 Störungen	23
16 Prüfbericht	24
Anhang A (informativ) Probenahmestandorte	26
Anhang B (informativ) Manuelle Probenahmeverfahren für TGM	27
Anhang C (informativ) Zusammenfassung der Feldversuche zur Methodvalidierung	29
Anhang D (informativ) Kenndaten der Quecksilberdampfquelle	34
Anhang E (informativ) Kalibrierung	37
Anhang F (informativ) Beurteilung in Abhängigkeit von der Zielunsicherheit durch ein einzelnes Labor	38
Anhang ZA (informativ) Zusammenhang zwischen dieser Europäischen Norm und den grundlegenden Anforderungen von EG-Richtlinien	41
Literaturhinweise	42

Vorwort

Dieses Dokument (prEN 15852:2008) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 264 „Luftbeschaffenheit“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

1 Anwendungsbereich

Die vorliegende Europäische Norm beschreibt ein Standardverfahren zur Bestimmung des gesamten gasförmigen Quecksilbers (TGM) in der Außenluft mit der Kaltdampf-Atomabsorptionsspektrometrie (CVAAS), Kaltdampf-Atomfluoreszenzspektrometrie (CVAFS) oder Zeeman-Atomabsorptionsspektrometrie (Zeeman-ASS).

Diese Europäische Norm ist anwendbar auf Hintergrundstationen, die den Anforderungen der Richtlinie 2004/107/EG entsprechen, und auf Wohngebiete sowie Industrie- und Gewerbegebiete.

Die Verfahrenskenngrößen wurden mit vergleichenden Feldversuchen zur Validierung bestimmt, die an vier europäischen Standorten durchgeführt wurden: zwei Hintergrundstationen und zwei Industriestandorte. Das Verfahren wurde an jedem Standort für zwei Monate über einen Zeitraum von 12 Monaten mit automatisierten Geräten geprüft, die derzeit in Europa zur TGM-Bestimmung in der Außenluft angewendet werden.

Der Messbereich des Verfahrens umfasst den Bereich jener Außenluftkonzentrationen, die an Hintergrundstationen anzutreffen sind, gewöhnlich weniger als 2 ng/m^3 , bis zu jenen, die in Industriegebieten vorgefunden werden, wo höhere Konzentrationen erwartet werden. Bei den Feldversuchen wurde ein maximaler täglicher Mittelwert von bis zu 300 ng/m^3 gemessen.

Die Ergebnisse sind in ng/m^3 als Mittelwert der über einen festgelegten Zeitraum bei 293 K und 101,325 kPa bestimmten Masse an TGM je Luftvolumen angegeben.

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).

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

EN ISO 20988, *Luftbeschaffenheit — Leitlinien zur Abschätzung der Messunsicherheit*

CR 14377, *Air quality — Approach to uncertainty estimation for ambient air reference measurement methods*

ISO 5725, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of the trueness of a standard measurement method*

ISO 8573-1, *Compressed air — Part 1: Contaminants and purity classes*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Außenluft

Luft in der Troposphäre, ausgenommen die Luft am Arbeitsplatz [96/62/EG]

3.2

Kalibrierung

Arbeitsgang, der unter festgelegten Bedingungen in einem ersten Schritt einen Zusammenhang zwischen den Werten einer Größe mit von Kalibriernormalen gelieferten Messunsicherheiten und entsprechenden Anzeigen mit zugehörigen Messunsicherheiten feststellt, und diese Angaben in einem zweiten Schritt verwendet, um einen Zusammenhang zur Erzielung eines Messergebnisses aus einer Anzeige herzustellen [ISO/IEC Guide 99 (VIM)]

3.3

kombinierte Standardmessunsicherheit

Standardmessunsicherheit, die mit den einzelnen Standardmessunsicherheiten erhalten wird, die mit den Eingangsgrößen in einem Messmodell im Zusammenhang stehen [ISO/IEC Guide 99 (VIM)]

3.4

Erweiterungsfaktor

Zahl, die größer ist als eine Zahl, mit der eine kombinierte Standardmessunsicherheit multipliziert wird, um eine erweiterte Messunsicherheit zu erhalten [ISO/IEC Guide 99 (VIM)]

3.5

Nachweisgrenze

gemessener Wert einer Größe, der nach einem vorgegebenen Messverfahren erhalten wird, bei dem die Wahrscheinlichkeit von fälschlicherweise behaupteter Abwesenheit eines Bestandteils in einem Material β ist, indem sich eine Wahrscheinlichkeit α von fälschlicherweise behaupteter Anwesenheit ergibt

ANMERKUNG Die IUPAC empfiehlt vorgegebene Standardwerte für α und β gleich 0,05 [ISO/IEC Guide 99 (VIM)].

3.6

erweiterte Standardmessunsicherheit

Produkt einer kombinierten Standardmessunsicherheit und einem Faktor, der größer ist als die Zahl Eins

ANMERKUNG 1 Der Faktor hängt von der Art der Wahrscheinlichkeitsverteilung der Ausgangsgröße in einem Messmodell und der ausgewählten Überdeckungswahrscheinlichkeit ab.

ANMERKUNG 2 In dieser Definition bezieht sich der Begriff „Faktor“ auf einen Erweiterungsfaktor.

ANMERKUNG 3 Die erweiterte Standardmessunsicherheit wird in Absatz 5 der Empfehlung INC-1 (1980) (siehe GUM) als „Gesamtunsicherheit“ und in IEC-Dokumenten einfach als „Unsicherheit“ bezeichnet [ISO/IEC Guide 99 (VIM)].

ANMERKUNG 4 Für die Anwendung dieses Dokuments ist die erweiterte Standardmessunsicherheit die mit einem Erweiterungsfaktor $k = 2$ multiplizierte kombinierte Standardmessunsicherheit, wodurch sich ein Intervall mit einem Vertrauensniveau von 95 % ergibt.

3.7

Wiederholbarkeit der Messung

Präzision der Messung unter Bedingungen der Wiederholbarkeit der Messung [ISO/IEC Guide 99 (VIM)]

3.8

Reproduzierbarkeit der Messung

Präzision der Messung unter Bedingungen der Reproduzierbarkeit der Messung [ISO/IEC Guide 99 (VIM)]

3.9

Messdauer

Zeitdauer, in deren Verlauf die Messeinrichtung bei Normalbetrieb einen einzigen Konzentrationswert hervorbringt

ANMERKUNG 1 Bei Apparaturen mit „Falle und Desorption“ ist das der Zeitraum, in dessen Verlauf die Luft vor jedem Desorptionszyklus zur thermischen Analyse durch das Adsorptionsröhrchen (Adsorptionsfalle) geleitet wird; bei direkt messenden Messgeräten ist das der Zeitraum, über den die Extinktion gemittelt wird, um einen Einzelwert zu erzeugen.

ANMERKUNG 2 Die jeweilige Messdauer bei den Aktionen von Feldversuchen bewegt sich zwischen 30 s bis 30 min.

3.10

Messunsicherheit

nichtnegative, die Verteilung der Werte von Messgrößen charakterisierende Kenngröße, die auf den verwendeten Angaben beruhend auf einen Messwert zurückzuführen sind

ANMERKUNG 1 Die Messunsicherheit umfasst Komponenten, die auf systematische Einflüsse zurückzuführen sind, beispielsweise Komponenten, die mit Korrekturen und den zugeordneten Größenwerten von Kalibriernormalen und der definitorischen Unsicherheit zusammenhängen. Manchmal werden abgeschätzte systematische Effekte nicht korrigiert, sondern stattdessen werden zugehörige Komponenten der Messunsicherheit einbezogen.

ANMERKUNG 2 Die Kenngröße kann z. B. eine Standardabweichung, die als Standardmessunsicherheit bezeichnet wird (oder ein bestimmtes Vielfaches davon), oder die halbe Weite eines Intervalls mit einer festgesetzten Überdeckungswahrscheinlichkeit sein [ISO/IEC Guide 99 (VIM)].

3.11

Nachweisgrenze des Verfahrens

geringste Menge eines Analyten, die mit dieser Verfahrensweise nachweisbar ist, wie sie bei der Analyse mit Null-Luft ermittelt wird

3.12

Überwachungsstation (für Quecksilber)

im Versuchsfeld aufgestellter umschlossener Raum, in dem ein Analysator zur Überwachung der TGM-Konzentrationen installiert wurde

3.13

Bestimmungsgrenze

geringste, mit dem Verfahren bei vorgegebenem Vertrauensniveau quantifizierbare Menge eines Analyten, wie bei der Analyse mit Null-Luft ermittelt

3.14

Referenzbedingungen

Außentemperatur von 293 K und ein Druck von 101,325 kPa

3.15

Wiederholbarkeitsbedingung einer Messung

Messbedingung unter Bedingungen, die über einen kurzen Zeitraum dasselbe Messverfahren, dieselben Analytiker, dasselbe Messsystem, dieselben Arbeitsbedingungen und denselben Arbeitsort und wiederholte Messungen an denselben oder vergleichbaren Objekten umfasst [ISO/IEC Guide 99 (VIM)]

3.16

Reproduzierbarkeitsbedingung einer Messung

Messbedingung unter Bedingungen, die verschiedene Arbeitsorte, unterschiedliche Analytiker, Messsysteme und wiederholte Messungen an denselben oder vergleichbaren Objekten umfasst [ISO/IEC Guide 99 (VIM)]

3.17

Probeneinlass

Einlass zum Probenahmesystem, wo Außenluft aus der Atmosphäre entnommen wird

3.18

Probenahmeperiode

Zeitraum, über den die Überwachung stattfinden soll, festgelegt hinsichtlich Zeitpunkt und Datum von Beginn und Ende des Zeitraums

3.19

Probenahmezeit

Zeitdauer, in deren Verlauf die Überwachung stattfinden soll

ANMERKUNG Z. B.: Ein TGM-Messgerät mit einer Messdauer von 15 Minuten über eine Probenahmezeit von 30 Tagen (in deren Verlauf 2 880 Datenpunkte produziert werden). Die Probenahmeperiode war von der Stunde 0001 am 1. April 2008 bis zur Stunde 0001 am 1. Mai 2008.

3.20

Standardmessunsicherheit

Messunsicherheit, angegeben als Standardabweichung [ISO/IEC Guide 99 (VIM)]

3.21

gesamtes gasförmiges Quecksilber (TGM)

Dampf von elementarem Quecksilber (Hg_0) und reaktionsfähigen flüchtigen Quecksilberverbindungen, d. h. wasserlösliche Quecksilberverbindungen mit ausreichend hohem Dampfdruck, um in der Gasphase vorliegen zu können [2004/107/EG]

ANMERKUNG Diese Definition wurde in die vorliegende Norm aufgenommen, um sämtliche Arten von gasförmigem Quecksilber zu erfassen.

3.22

Null-Gas

Gas, frei von Quecksilber und sonstigen luftübertragenen Verbindungen und Partikeln

ANMERKUNG 1 Frei von Quecksilber bedeutet, dass es in einer Konzentration enthalten ist, die geringer ist als die Nachweisgrenze des Verfahrens.

ANMERKUNG 2 Null-Luft wird in Verbindung mit der Kalibrierung von automatisch arbeitenden Quecksilbermessgeräten verwendet. Null-Luft kann aus reinem Stickstoff oder synthetischer Luft aus einer Gasflasche bestehen. Gereinigte Luft aus der Umgebung darf ebenfalls verwendet werden (siehe Anweisungen im Anwenderhandbuch).

4 Symbole und Abkürzungen

Für die Anwendung dieser Norm gelten die folgenden Symbole und Abkürzungen.

4.1 Symbole

A	eine Konstante mit dem numerischen Wert $-8,134\,46$;
α	für eine gegebene Nachweisgrenze die Wahrscheinlichkeit einer falsch positiven Identifizierung;
B	eine Konstante mit dem numerischen Wert $3\,240,87$;
β	für eine gegebene Nachweisgrenze die Wahrscheinlichkeit einer falsch negativen Identifizierung;
γ_{amb}	Quecksilberkonzentration in einem bestimmten Luftvolumen $V(T, P)$;
γ_{Hg}	theoretische Massenkonzentration von Quecksilberdampfproben, die mit einer Injektionsspritze von der Quecksilberdampfquelle entnommen werden kann;
$\gamma_{\text{Hg, sou}}$	Quecksilberdampfkonzentration in der Quelle;
$\gamma_{\text{Hg, syr}}$	Quecksilberdampfkonzentration in der Injektionsspritze;
γ_{MDL}	Nachweisgrenze;
γ_{ref}	Massenkonzentration an TGM in Referenzluft bei 293 K und 101,325 kPa;
$\bar{\gamma}$	mittlere Massenkonzentration über alle N Tage und alle M Messgeräte;
$\bar{\gamma}_d$	mittlere Massenkonzentration am Tag d über alle M Messgeräte;
$\gamma_{d,i}$	Wert der täglichen Massenkonzentration am Tag d vom Messgerät i ;
D	Konstante mit dem numerischen Wert $3\,216\,522$;
δ	abgeschätzte statistische Unsicherheit in Verbindung mit der verwendeten Quecksilberdampf-Gleichung;
$\delta_{d,i}$	Abweichung des Messgerätes i von der mittleren Massenkonzentration am Tag d ;
$\bar{\delta}_i$	mittlere Abweichung des Messgerätes i von der mittleren Massenkonzentration über alle N Tage;
k	Erweiterungsfaktor;

η_e	Wirkungsgrad der Desorption bei der Analyse;
η_{sam}	Wirkungsgrad der Probenahme;
m_{air}	Masse der Luft unter Referenzbedingungen;
m_{tube}	Masse an Quecksilber, die im Adsorptionsröhrchen vorgefunden wurde;
M	Anzahl der bei einem Feldversuch verwendeten parallelen Probenahmegeräte (Sammler);
M_{air}	Molekulargewicht von Luft, 0,029 kg/mol;
M_{Hg}	Molekulargewicht von Quecksilber, 0,200 59 kg/mol;
n	Anzahl der Messungen;
N	Dauer der Feldversuche in Tagen;
P_{Hg}	Dampfdruck von Quecksilber;
P_{ref}	Referenzdruck, 101,325 kPa;
P_{sam}	tatsächlicher Druck der Luft, aus der die Probe entnommen wurde;
$q_{\text{v,ave}}$	mittlerer Volumenstrom an Außenluft, der das Adsorptionsröhrchen während der Probenahme durchströmt hat;
r^2	Korrelationskoeffizient;
r_{flow}	Kalibrierkoeffizient der Durchflussmenge;
r_{syr}	Kalibrierkoeffizient des Volumens;
R	universelle Gaskonstante, 8,314 J/K · mol;
R_{cal}	instrumentelles Ansprechverhalten nach der Injektion eines Volumens von mit Quecksilber gesättigtem Gas;
R_i	instrumentelles Ansprechverhalten, hervorgerufen durch die Messung i ;
R_{sam}	instrumentelles Ansprechverhalten, das sich anschließend bei der Analyse der Probe zeigt;
$\bar{R}$	Mittelwert von n ($n \geq 10$) wiederholten Messungen von R ;
R_0	instrumentelles Ansprechverhalten nach der Injektion eines Volumens von mit Quecksilber gesättigtem Null-Gas;
$\bar{R}_0$	Mittelwert von n ($n \geq 10$) wiederholten Messungen von $R_{0,i}$;
$R_{0,i}$	instrumentelles Ansprechverhalten nach der Injektion eines Gases mit einer Massenkonzentration an Quecksilber von Null bei Messung i ;
σ_i	Standardabweichung der Abweichung von Messgerät i über alle N Tage;

σ_R	relative Standardabweichung einer Reihe von n Messungen;
t	Probenahmezeit;
T_{sam}	tatsächliche Temperatur der Luft, aus der die Probe entnommen wurde;
T_{sou}	Temperatur der Quecksilberquelle;
T_{syr}	Temperatur der Injektionsspritze;
T_{ref}	Referenztemperatur, 293,15 K;
$u_c(\gamma)$	relative kombinierte Standardunsicherheit der TGM-Konzentration in der Außenluft;
$u_{c,i}(\gamma)$	relative kombinierte Standardunsicherheit vom Messgerät i ;
$u_{i,\text{vol}}$	Unsicherheit im Probenvolumen für das Messgerät i ;
$u_r(\gamma)$	relativer stochastischer Beitrag zur Unsicherheit;
$u_{r,i}(\gamma)$	stochastischer Beitrag zur relativen kombinierten Unsicherheit vom Messgerät i ;
$u_s(\gamma)$	relativer nicht-stochastischer Beitrag zur Unsicherheit;
$u_{s,i}(\gamma)$	nicht-stochastischer Beitrag zur relativen kombinierten Unsicherheit vom Messgerät i ;
U	relative erweiterte Unsicherheit;
V_{amb}	das Volumen der Außenluft, die das Auffanggefäß zur Probenahme durchströmt hat;
$V_{\text{amb}}(T,P)$	das entsprechende Luftvolumen bei der tatsächlichen Temperatur T und dem tatsächlichen Druck P ;
$\dot{V}_{\text{cal}}$	durch Kalibrierung bestimmte Empfindlichkeit des Analysators;
$\dot{V}_{\text{cal},t=0}$	gemessene Empfindlichkeit zur Zeit $t = 0$;
$\dot{V}_{\text{cal},t=t}$	gemessene Empfindlichkeit zur Zeit t ;
$\Delta \dot{V}_{\text{cal}}$	Driftempfindlichkeit des Messsystems über eine Zeitspanne t ;
V_{Hg}	das mit Quecksilber gesättigte Gasvolumen;
V_{ref}	Volumen der Referenzluft;
y	Messergebnis;
Y	Messgröße.

4.2 Abkürzungen

CVAAS	Kaltdampf-Atomabsorptionsspektrometrie
CVAFS	Kaltdampf-Atomfluoreszenzspektrometrie
EMEP	Programm über die Zusammenarbeit bei der Messung und Bewertung der weiträumigen Übertragung von luftverunreinigenden Stoffen in Europa (European Monitoring and Evaluation Programme)
FEP	Fluoriertes Ethylen-Propylen
IUPAC	Internationale Union für reine und angewandte Chemie (International Union of Pure and Applied Chemistry)
MFC	Massendurchflussregler
MFM	Massendurchflussmessgerät
ng	Nanogramm; 10^{-9} g
PTFE	Polytetrafluorethylen
TGM	Gesamtes gasförmiges Quecksilber (en: Total Gaseous Mercury)
Zeeman AAS	Atomabsorptionsspektrometrie nach Zeeman

5 Kurzbeschreibung

Bei den in der vorliegenden Norm beschriebenen Verfahren handelt es sich um automatisierte Verfahren, die Folgendes umfassen:

- Adsorption von TGM aus einem gemessenen Luftvolumen in einem Adsorptionsröhrchen, anschließende Desorption des gesamten Quecksilbers aus dem Adsorptionsröhrchen und Bestimmung als gasförmiges elementares Quecksilber mit CVAAS oder CVAFS

oder

- direkte kontinuierliche Bestimmung von elementarem Quecksilber mittels Atomabsorptionsspektrometrie nach Zeeman (Zeeman-AAS).

6 Anforderungen

6.1 Kriterien für die Wahl des Standortes von Messstationen

Die in der Richtlinie 2004/107/EG [1] angegebenen Kriterien für die Standortwahl sind zu befolgen (siehe Abschnitt 9.1).

6.2 Anforderungen des Verfahrens

Nach Anhang V III. der Richtlinie 2004/107/EG müssen automatisierte Messgeräte benutzt werden.

6.3 Nachweisgrenze des Verfahrens

Die Nachweisgrenze des Analysenverfahrens mit dem Adsorptionsröhrchen (angegeben in ng Quecksilber) darf 10 % der Untergrenze des erwarteten Messbereichs nicht überschreiten. Diese hängt von der Messdauer und der Durchflussgeschwindigkeit bei der Probenahme abhängen.

Die Nachweisgrenze des Zeeman-AAS-Verfahrens (angegeben in ng/m^3) darf 10 % der Untergrenze des erwarteten Messbereichs nicht überschreiten.

6.4 Tätigkeiten beim Feldversuch und Qualitätskontrolle

Nach der Installation in der Überwachungsstation muss der Analysator geprüft werden, um sicherzustellen, dass er einwandfrei arbeitet.

Die erweiterte Messunsicherheit von Messungen beim Feldversuch darf entsprechend der Richtlinie 2004/107/EG einen Anteil von 50 % der Richtwerte von Qualitätskennzahlen nicht überschreiten.

Anforderungen und Empfehlungen für die Qualitätssicherung und Qualitätskontrolle für Messungen beim Feldversuch werden in Abschnitt 11 gegeben.

7 Chemikalien

7.1 Argon

Reinheit größer als 99,999 %, geeignet als Trägergas für CVAAS und CVAFS.

7.2 Stickstoff

Reinheit größer als 99,999 %, geeignet als Trägergas für CVAAS und CVAFS.

7.3 Luft

der Reinheitsklasse 3.3.3 oder besser nach ISO 8573-1.

7.4 Elementares Quecksilber,

Reinheit 99,999 9 %, für die Herstellung des Quecksilberdampfstandards.

WARNUNG — Quecksilber ist wegen der Absorption über die Haut und bei Einatmung von Dämpfen toxisch. Es ist eine angemessene persönliche Schutzausrüstung zu tragen (einschließlich geeigneter Handschuhe, Schutzbrille oder geeignetem Gesichtsschutz usw.) und die Belastung ist durch Verwendung eines Abzugs zu verringern.

7.5 Wasser,

spezifischer Widerstand größer oder gleich $18 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ bei 298 K

Das in diesem Verfahren verwendete hochreine Wasser dient ausschließlich für Reinigungszwecke.

7.6 Salzsäure (HCl),

konzentriert, Dichte $\sim 1,18 \text{ g/ml}$, Massenanteil $\sim 36 \%$.

WARNUNG — Konzentrierte Salzsäure wirkt korrodierend und Salzsäure stellt ein Reizmittel dar. Jegliche Exposition durch Haut- oder Augenkontakt sowie durch Einatmen der Dämpfe ist zu vermeiden. Bei der Arbeit mit Salzsäure ist eine angemessene persönliche Schutzausrüstung zu tragen (einschließlich geeigneter Handschuhe, Schutzbrille oder geeignetem Gesichtsschutz usw.) Die Arbeiten mit offenen, konzentrierte Salzsäure enthaltenden Gefäßen sind unter einem Abzug durchzuführen. Salzsäure hat einen hohen Dampfdruck. Deshalb Vorsicht bei der Herstellung von verdünnten Salzsäurelösungen vor dem Druckaufbau in geschlossenen Behältern.

7.7 Salzsäure,

mit hochreinem Wasser im Verhältnis 1:49 verdünnt, für die Reinigung von Filtergehäusen, Rohrverzweigungen oder Rohrverteiler aus Glas und Zubehör für die Probenahme.

In einen 1 000-ml-Messkolben sind 700 ml Wasser (7.5) zu geben. Vorsichtig sind 20 ml konzentrierte Salzsäure (7.6) hinzuzufügen und zum Mischen zu verwirbeln. Der Inhalt ist abkühlen zu lassen, das Volumen bis zur Marke mit Wasser aufzufüllen; dann ist der Kolben mit einem Stopfen zu verschließen und der Inhalt gründlich zu durchmischen.

8 Geräte

8.1 Probenahmeausrüstung

8.1.1 Filter aus Polytetrafluorethylen (PTFE),

Porengröße 0,2 µm, befestigt in einem geeigneten Gehäuse aus fluoriertem Ethylen-Propylen (FEP) oder PTFE für den Einbau in die Probenahmeleitung zum Entfernen von Partikeln aus der Luftprobe.

8.1.2 Probenahmeleitung,

aus FEP oder PTFE, möglichst kurz, um Verluste an Quecksilberdampf zu vermeiden.

Am Einlass des Analysators muss die Kondensation von Wasserdampf vermieden werden. Anschlüsse zwischen dem Filtergehäuse und dem Quecksilberanalysator müssen aus einem geeigneten Werkstoff bestehen (z. B. aus FEP oder PTFE), um Verluste an Quecksilberdampf zu vermeiden.

8.2 Analysengeräte

8.2.1 Quecksilberanalysator, beruhend auf Amalgambildung und CVAAS oder CVAFS

Ein Quecksilberanalysator, bestehend aus einem System zur Bildung von Goldamalgam, gekoppelt an ein Atomfluoreszenz- oder Atomabsorptionsspektrometer.

8.2.2 Quecksilberanalysator, beruhend auf Zeeman-AAS

Ein Quecksilberanalysator mit Zeeman-Untergrundkorrektur.

8.2.3 Massendurchflussregler und Massendurchflussmessgerät

Zur Messung und Kontrolle der Massenflussrate der Probenahmeluft, die durch das Adsorptionsrohr des Quecksilberanalysators gezogen wird.

Der Massendurchflussregler (MFC) und das Massendurchflussmessgerät (MFM) müssen über eine gültige Kalibrierung verfügen, die auf nationale oder Internationale Normen zurückverfolgbar ist.

ANMERKUNG Direkte Messungen der Quecksilberkonzentration mittels Zeeman-AAS sind von der Luftdurchflussmenge unabhängig; dennoch ist sehr zu empfehlen, einen stetig kontrollierten Durchfluss bei Messtemperatur und -druck zu haben.

Die Durchflussgeschwindigkeit des MFC und MFM müssen mit einem Durchflussmessgerät überprüft werden, dessen Genauigkeit auf nationale Normen zurückverfolgbar ist. Das muss bei der Installation und Inbetriebnahme und später periodisch vorgenommen werden. Die Genauigkeit des MFC oder MFM sollte innerhalb von $\pm 5\%$ liegen. Falls zweckmäßig sind die Temperatur und der Atmosphärendruck aufzuzeichnen, bei denen die Kalibrierung von MFC und MFM überprüft wurde.