

VEREIN
DEUTSCHER
INGENIEURE

Stoffbestimmung an Partikeln in der Außenluft
Aufschlussvarianten für Staubproben zur anschließenden
Bestimmung der Massenkonzentration von Al, Sb, As, Pb,
Cd, Ca, Cr, Co, Fe, K, Cu, Mg, Mn, Na, Ni, Se, V und Zn

VDI 2267

Blatt 3 / Part 3

Determination of suspended matter in ambient air
Digestion variants for dust samples
for subsequent determination of the mass concentration
of Al, Sb, As, Pb, Cd, Ca, Cr, Co, Fe, K, Cu, Mg,
Mn, Na, Ni, Se, V and Zn

Ausg. deutsch/englisch
Issue German/English

*Der Entwurf dieser Richtlinie wurde mit Ankündigung im Bundesan-
zeiger einem öffentlichen Einspruchsverfahren unterworfen.
Die deutsche Version dieser Richtlinie ist verbindlich.*

*The draft of this standard has been subject to public scrutiny after
announcement in the Bundesanzeiger (Federal Gazette).*

*The German version of this standard shall be taken as authorita-
tive. No guarantee can be given with respect to the English trans-
lation.*

Inhalt	Seite	Contents	Page
Vorbemerkung	2	Preliminary note	2
Einleitung	2	Introduction	2
1 Anwendungsbereich	4	1 Scope	4
2 Leistungsgrenzen der Aufschluss- varianten	5	2 Limits of performance for the digestion variants	5
3 Sicherheitshinweise	10	3 Safety instructions	10
4 Probenahme und Probenvorbereitung	11	4 Sampling and sample preparation	11
4.1 Probenahme und Probenvorbereitung von PM ₁₀ -Schwebstaubproben	11	4.1 Sampling and sample preparation for PM ₁₀ airborne dust samples	11
4.2 Probenahme und Aufschluss von Depositionsproben	12	4.2 Sampling and digestion of deposition samples	12
5 Aufschlussvarianten	13	5 Digestion variants	13
5.1 Variante 1A – Offener Aufschluss von Schwebstaubproben mit HF/HNO ₃ /H ₂ O ₂	13	5.1 Variant 1A – Open digestion of airborne dust samples with HF/HNO ₃ /H ₂ O ₂	13
5.2 Variante 1B – Offener Aufschluss von Staubniederschlagsproben mit HF/HNO ₃ /H ₂ O ₂	15	5.2 Variant 1B – Open digestion of dustfall samples with mit HF/HNO ₃ /H ₂ O ₂	15
5.3 Variante 2A – Offener Aufschluss von Schwebstaubproben mit HF/HNO ₃ /HClO ₄	16	5.3 Variant 2A – Open digestion of airborne dust samples with HF/HNO ₃ /HClO ₄	16
5.4 Variante 2B – Offener Aufschluss von Staubniederschlagsproben mit HF/HNO ₃ /HClO ₄	18	5.4 Variant 2B – Open digestion of dustfall samples with HF/HNO ₃ /HClO ₄	18
5.5 Variante 3A – Offener Aufschluss von Schwebstaubproben mit HNO ₃ /HCl	22	5.5 Variant 3A – Open digestion of airborne dust samples with HNO ₃ /HCl	22
5.6 Variante 3B – Offener Aufschluss von Staubniederschlagsproben mit HNO ₃ /HCl	25	5.6 Variant 3B – Open digestion of dustfall samples with HNO ₃ /HCl	25
5.7 Variante 4A – Mikrowellendruckaufschluss von Schwebstaubproben mit HNO ₃ /H ₂ O ₂ gemäß DIN EN 14902 (220 °C)	27	5.7 Variant 4A – Microwave-assisted pressure digestion of airborne dust samples with HNO ₃ /H ₂ O ₂ as per DIN EN 14902 (220 °C)	27

Kommission Reinhaltung der Luft im VDI und DIN – Normenausschuss KRdL

Fachbereich Umweltmesstechnik

VDI/DIN-Handbuch Reinhaltung der Luft, Band 4: Analysen und Messverfahren I

	Seite
5.8 Variante 4B – Mikrowellendruckaufschluss von Staubniederschlagsproben mit HNO ₃ /H ₂ O ₂ bei 220 °C gemäß DIN EN 15841/DIN EN 14902 . . .	30
5.9 Variante 5A – Mikrowellendruckaufschluss von Schwebstaubproben mit HNO ₃ /H ₂ O ₂ in Anlehnung an DIN EN 14902 bei 200 °C	33
5.10 Variante 5B – Mikrowellendruckaufschluss von Staubniederschlagsproben mit HNO ₃ /H ₂ O ₂ bei 200 °C in Anlehnung an DIN EN 15841/DIN EN 14902.	35
5.11 Variante 6A – Mikrowellendruckaufschluss von Schwebstaubproben mit HF/HNO ₃ /H ₂ O ₂	37
5.12 Variante 6B – Mikrowellendruckaufschluss von Staubniederschlagsproben mit HF/HNO ₃ /H ₂ O ₂	40
5.13 Variante 7A – Thermischer Druckaufschluss von Schwebstaubproben mit HF/HNO ₃ /H ₂ O ₂	42
5.14 Variante 7B – Thermischer Druckaufschluss von Staubniederschlagsproben mit HF/HNO ₃ /H ₂ O ₂	45
Schrifttum	48

	Page
5.8 Variant 4B – Microwave-assisted pressure digestion of dustfall samples with HNO ₃ /H ₂ O ₂ at 220 °C as per DIN EN 15841/DIN EN 14902 . . .	30
5.9 Variant 5A – Microwave-assisted pressure digestion of airborne dust samples with HNO ₃ /H ₂ O ₂ as per DIN EN 14902 at 200 °C	33
5.10 Variant 5B – Microwave-assisted pressure digestion of dustfall samples with HNO ₃ /H ₂ O ₂ at 200 °C as per DIN EN 15841/DIN EN 14902.	35
5.11 Variant 6A – Microwave-assisted pressure digestion of airborne dust samples with HF/HNO ₃ /H ₂ O ₂	37
5.12 Variant 6B – Microwave-assisted pressure digestion of dustfall samples with HF/HNO ₃ /H ₂ O ₂	40
5.13 Variant 7A – Thermal pressure digestion of airborne dust samples with HF/HNO ₃ /H ₂ O ₂	42
5.14 Variant 7B – Thermal pressure digestion of dustfall samples with HF/HNO ₃ /H ₂ O ₂	45
Bibliography	48

Vorbemerkung

Der Inhalt dieser Richtlinie ist entstanden unter Beachtung der Vorgaben und Empfehlungen der Richtlinie VDI 1000.

Alle Rechte, insbesondere die des Nachdrucks, der Fotokopie, der elektronischen Verwendung und der Übersetzung, jeweils auszugsweise oder vollständig, sind vorbehalten.

Die Nutzung dieser VDI-Richtlinie ist unter Wahrung des Urheberrechts und unter Beachtung der Lizenzbedingungen (www.vdi.de/richtlinien), die in den VDI-Merkblättern geregelt sind, möglich.

Allen, die ehrenamtlich an der Erarbeitung dieser VDI-Richtlinie mitgewirkt haben, sei gedankt.

Eine Liste der aktuell verfügbaren Blätter dieser Richtlinienreihe ist im Internet abrufbar unter www.vdi.de/2267.

Einleitung

Metalle, Halbmetalle und ihre Verbindungen gelangen u. a. aus Feuerungsanlagen (Öl, Kohle, Abfall), dem Kfz-Verkehr sowie bei ihrer Gewinnung und Verarbeitung in die Außenluft. Durch chemische Reaktionen, Anlagerungen und Kondensation wird dabei der überwiegende Teil als anorganische Verbindungen

Preliminary note

The content of this standard has been developed in strict accordance with the requirements and recommendations of the standard VDI 1000.

All rights are reserved, including those of reprinting, reproduction (photocopying, micro copying), storage in data processing systems and translation, either of the full text or of extracts.

The use of this standard without infringement of copyright is permitted subject to the licensing conditions (www.vdi.de/richtlinien) specified in the VDI Notices.

We wish to express our gratitude to all honorary contributors to this standard.

A catalogue of all available parts of this series of standards can be accessed on the Internet at www.vdi.de/2267.

Introduction

Metals, metalloids and their compounds are released into ambient air from, e.g., combustion plants (oil, coal, waste), motor vehicle traffic and during their production and processing. Most are inorganic compounds and are converted into particulate matter through chemical reactions, adsorption and conden-

dungen in Partikelform übergeführt oder an Partikel angelagert. Je nach Probenahmeverfahren werden sie als Bestandteile des Schwebstaubs (z.B. PM_{10} oder $PM_{2,5}$) oder der atmosphärischen Deposition erfasst.

In dieser VDI-Richtlinie werden verschiedene Aufschlussvarianten dargestellt, die geeignet sind, Schwebstaubproben und Depositionsproben aufzuschließen. Die Auswahl des Aufschlussverfahrens richtet sich nach den zu bestimmenden Elementen. Relevante Elemente gehen z.B. aus den Anforderungen der 39. BImSchV, der 17. BImSchV oder der TA Luft hervor.

Schwebstaubproben im Sinne dieser Richtlinie sind Aerosolproben, die z.B. nach DIN EN 12341 sowie nach einer der Richtlinien VDI 2463 Blatt 4 bis Blatt 7 und/oder Blatt 9 bis Blatt 11 auf Flächenfiltern abgeschieden wurden.

Die atmosphärische Deposition wird nach Richtlinie VDI 4320 Blatt 1 als die Summe der Depositionen von Gasen, nicht sedimentierenden und sedimentierenden Partikeln definiert. Es gibt kein Verfahren zur gemeinsamen Bestimmung der Deposition sedimentierender und nicht sedimentierender Atmosphärenbestandteile (Gesamtdeposition). Wegen der komplexen Abscheidemechanismen, welche die atmosphärische Deposition steuern, ist es auch nicht möglich, ein einzelnes, einheitliches Probenahmeverfahren zur Bestimmung der Deposition sedimentierender Partikel zu beschreiben, welches die Anforderungen aller relevanten Messaufgaben gleichermaßen erfüllt. Die Deposition sedimentierender Partikel lässt sich jedoch näherungsweise mit geeigneten Sammlern erfassen.

Als Bulk-Deposition wird die Summe der Depositionen sedimentierender nasser und trockener Partikel bezeichnet. Die Erfassung der Bulk-Deposition erfolgt mit Bulk-Sammlern, die als Trichter-Flasche-Systeme ausgelegt sind.

Die Bestimmung der nassen Deposition als Summe der Depositionen sedimentierender nasser Partikel erfolgt mit Wet-only-Sammlern.

Unter Staubniederschlag wird der Trockenrückstand des während der Expositionsdauer in einem Auffanggefäß (Topf-Sammler) gesammelten atmosphärischen Stoffeintrags verstanden, wie er nach der Richtlinie VDI 4320 Blatt 2 bestimmt wird.

Typische Immissionskonzentrationsbereiche für an PM_{10} gebundene Metalle und Halbmetalle sind in Tabelle 1 aufgeführt. Typische als Staubniederschläge ermittelte Depositionen sind in Tabelle 2 aufgeführt.

sation, or are taken up by particles. Depending on the sampling procedure, these are measured as components in airborne dust (e.g., PM_{10} or $PM_{2,5}$) or in atmospheric deposition.

This VDI Standard describes different digestion variants that are suitable for the digestion of airborne dust samples and dust deposition samples. The selection of the digestion method is based on the elements that are to be determined. Relevant elements are, for example, given in the requirements of the 39th, 17th Ordinances on the Implementation of the Federal Immission Control Act (BImSchV) or in the Technical Instructions on Air Quality Control (TA Luft).

In this standard, airborne dust samples are understood to be aerosol samples that, for example, were deposited on surface filters pursuant to DIN EN 12341 as well as in accordance with one of the standards VDI 2463 Part 4 to Part 7 and/or Part 9 to Part 11.

Pursuant to standard VDI 4320 Part 1, atmospheric deposition is defined as the sum of depositions from gases, non-sedimenting and sedimenting particles. There is no method for the joint determination of deposition from sedimenting and non-sedimenting atmospheric components (total deposition). Due to the complex deposition mechanisms that control atmospheric deposition, it is also not possible to provide a description of a single, unified sampling method for the determination of the deposition of sedimenting particles that complies in equal measure with the requirements of all relevant measuring tasks. However, approximations of the deposition of sedimenting particles can be achieved with suitable collectors.

The sum of depositions of sedimenting wet and dry particles is called bulk deposition. Recording of bulk deposition is carried out using bulk collectors that are designed in the form of funnel-bottle systems.

Determination of wet deposition as the sum of deposition of sedimenting wet particles is conducted using wet-only collectors.

Dustfall is understood as the dry residue of the atmospheric sample collected in a collection vessel (jar collector) over the exposure period, as defined in the standard VDI 4320 Part 2.

Typical immission concentration ranges for metals and metalloids bound to PM_{10} are given in Table 1. Typical depositions measured in the form of dustfall are given in Table 2.

Tabelle 1. Typische Massenkonzentrationsbereiche von Metallen und Halbmetallen als Bestandteil der PM₁₀-Aerosolfraktion

		Massenkonzentration in ng/m ³	
		ländliches Gebiet	städtisches Gebiet
Aluminium	Al	10 bis 500	10 bis 1000
Antimon	Sb	0,01 bis 1,5	2 bis 50
Arsen	As	0,01 bis 1,0	0,1 bis 2,5
Barium	Ba	bis 5	10 bis 50
Blei	Pb	0,1 bis 10	2 bis 50
Cadmium	Cd	0,01 bis 0,3	0,1 bis 1
Calcium	Ca	10 bis 500	10 bis 3000
Chrom	Cr	0,5 bis 3	1 bis 10
Cobalt	Co	0,08 bis 0,14	0,1 bis 0,5
Eisen	Fe	10 bis 500	1000 bis 10000
Kalium	K	10 bis 250	10 bis 1000
Kupfer	Cu	2 bis 10	5 bis 100
Magnesium	Mg	5 bis 200	50 bis 500
Mangan	Mn	5 bis 10	10 bis 100
Natrium	Na	10 bis 500	50 bis 2000
Nickel	Ni	0,1 bis 5	1 bis 10
Selen	Se	bis 2	bis 3
Thallium	Tl	bis 0,1	bis 0,1
Vanadium	V	1 bis 5	1 bis 5
Zink	Zn	5 bis 50	10 bis 300
Zinn	Sn	bis 1	5 bis 20

Table 1. Typical mass concentration ranges for metals and metalloids in the PM₁₀ aerosol fraction

		Mass concentration in ng/m ³	
		rural area	urban area
Aluminium	Al	10 to 500	10 to 1000
Antimony	Sb	0,01 to 1,5	2 to 50
Arsenic	As	0,01 to 1,0	0,1 to 2,5
Barium	Ba	up to 5	10 to 50
Lead	Pb	0,1 to 10	2 to 50
Cadmium	Cd	0,01 to 0,3	0,1 to 1
Calcium	Ca	10 to 500	10 to 3000
Chromium	Cr	0,5 to 3	1 to 10
Cobalt	Co	0,08 to 0,14	0,1 to 0,5
Iron	Fe	10 to 500	1000 to 10000
Potassium	K	10 to 250	10 to 1000
Copper	Cu	2 to 10	5 to 100
Magnesium	Mg	5 to 200	50 to 500
Manganese	Mn	5 to 10	10 to 100
Sodium	Na	10 to 500	50 to 2000
Nickel	Ni	0,1 to 5	1 to 10
Selenium	Se	up to 2	up to 3
Thallium	Tl	up to 0,1	up to 0,1
Vanadium	V	1 to 5	1 to 5
Zinc	Zn	5 to 50	10 to 300
Tin	Sn	up to 1	5 to 20

1 Anwendungsbereich

In dieser VDI-Richtlinie werden sieben in der Praxis bewährte Aufschlussverfahren zur Bestimmung von Elementen in Schwebstaub- und Depositionsproben beschrieben. Das Aufschlussverfahren ist gemäß der Messaufgabe zu wählen. In der Regel sollen alle zu bestimmenden Elemente vollständig in Lösung gebracht werden.

1 Scope

This VDI Standard describes seven digestion methods for the determination of elements in airborne dust and deposition samples that have been proven in practice. The digestion method is to be selected based on the type of measurement. As a rule, all elements that are to be determined shall be fully solubilised.

Tabelle 2. Typische als Staubbiederschläge ermittelte Depositionen von Elementen

Element		Deposition in $\mu\text{g}/(\text{m}^2\cdot\text{d})$	
		ländlich	städtisch
Aluminium	Al	200 bis 400	300 bis 500
Antimon	Sb	0,07 bis 2,3	2,1 bis 28
Arsen	As	0,1 bis 1,4	0,7 bis 2,2
Blei	Pb	10 bis 20	20 bis 35
Cadmium	Cd	0,2 bis 0,6	0,3 bis 1,0
Calcium	Ca	1000 bis 5000	1000 bis 27000
Chrom	Cr	1 bis 5	5 bis 10
Cobalt	Co	0,1 bis 0,5	1
Eisen	Fe	300 bis 600	1000 bis 4000
Kalium	K	400 bis 500	400 bis 1000
Kupfer	Cu	5 bis 10	10 bis 50
Magnesium	Mg	300 bis 1000	500 bis 1000
Mangan	Mn	10 bis 30	50 bis 300
Natrium	Na	1000 bis 5000	1000
Nickel	Ni	1 bis 3	5 bis 20
Thallium	Tl	0,03 bis 0,06	0,07 bis 0,3
Vanadium	V	2 bis 10	10 bis 70
Zink	Zn	10 bis 60	100 bis 1000

Table 2. Typical depositions of elements measured in the form of dustfall

Element		Deposition in $\mu\text{g}/(\text{m}^2\cdot\text{d})$	
		rural	urban
Aluminium	Al	200 to 400	300 to 500
Antimony	Sb	0,07 to 2,3	2,1 to 28
Arsenic	As	0,1 to 1,4	0,7 to 2,2
Lead	Pb	10 to 20	20 to 35
Cadmium	Cd	0,2 to 0,6	0,3 to 1,0
Calcium	Ca	1000 to 5000	1000 to 27000
Chromium	Cr	1 to 5	5 to 10
Cobalt	Co	0,1 to 0,5	1
Iron	Fe	300 to 600	1000 to 4000
Potassium	K	400 to 500	400 to 1000
Copper	Cu	5 to 10	10 to 50
Magnesium	Mg	300 to 1000	500 to 1000
Manganese	Mn	10 to 30	50 to 300
Sodium	Na	1000 to 5000	1000
Nickel	Ni	1 to 3	5 to 20
Thallium	Tl	0,03 to 0,06	0,07 to 0,3
Vanadium	V	2 to 10	10 to 70
Zinc	Zn	10 to 60	100 to 1000