



Staatliches Gewerbeaufsichtsamt
Hildesheim



Nachweis der Äquivalenz für automatische PM₁₀-Messungen mit dem Staubmessgerät SHARP 5030

Zentrale Unterstützungsstelle Luftreinhaltung,
Lärm und Gefahrstoffe - ZUS LLG



Niedersachsen

Bericht Nr. 43-14-BI-001

Stand: 26.03.2014

Staatliches Gewerbeaufsichtsamt Hildesheim

Zentrale Unterstützungsstelle Luftreinhaltung, Lärm und Gefahrstoffe - ZUS LLG

Dezernat 43

Postanschrift:

Goslarsche Straße 3

31134 Hildesheim

Dienstgebäude:

An der Scharlake 39

31135 Hildesheim





Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	3
1.1	Allgemeines	3
1.2	Anlass und Ziel eines Äquivalenztests	3
1.3	Grundlagen, Anforderungen.....	3
2	Beschreibung der Vergleichsmessungen.....	4
2.1	Kandidatmethode (SHARP 5030)	4
2.2	Referenzmethode (LVS Derenda - PNS 18T-3.1)	4
3	Beteiligte Dezernate	4
4	Beurteilung der Ergebnisse des Feldtests	5
4.1	Anforderung an die Datenverfügbarkeit und die Datenquantität	5
4.2	Anforderung an die Leistungsmerkmale der Messmethoden.....	5
4.3	Bewertung der Rohdaten	6
4.4	Bewertung der Regressionsanalyse (PM ₁₀ -Rohdaten)	7
4.5	Bewertung der Messunsicherheit.....	8
5	Qualitätssicherung.....	9
5.1	PM ₁₀ -Messungen mit dem SHARP 5030 (Kandidatmethode).....	9
5.2	PM ₁₀ -Messungen mit Kleinfilterverfahren (Referenzmethode).....	10
5.3	Gravimetrische Filteranalysen.....	10
6	Verifizierung des Äquivalenztests	10
7	Zusammenfassung	11
8	Literatur	12
	Anhang.....	13



Tabellenverzeichnis

Tabelle 1:	Datenverfügbarkeit an PM ₁₀ -Vergleichsmessungen.....	5
Tabelle 2:	Standardunsicherheiten der Kandidatmethode (SHARP 5030).....	6
Tabelle 3:	Standardunsicherheiten der Referenzmethode (LVS – Derenda PNS 18 T3.1) ..	6
Tabelle 4:	Orthogonale Regressionsanalyse der PM ₁₀ -Rohdaten.....	7
Tabelle 5:	Orthogonale Regressionsanalyse des kalibrierten PM ₁₀ -Datensatzes.....	8
Tabelle 6:	Vergleichsmessungen zur Verifizierung der Äquivalenz bei PM ₁₀ -Messungen..	11

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1:	Ausgleichsgeraden der SHARP 5030-Ergebnisse	9
--------------	---	---

Anhang

Tabelle A 1:	Ergebnisse der orthogonalen Regressionsrechnung (Rohdaten – Kandidatmethode)	13
Tabelle A 2:	Ergebnisse der orthogonalen Regressionsrechnung (Kandidatmethode nach Kalibrierung)	14
Tabelle A 3:	Ergebnisse der Vergleichsmessungen PM ₁₀ -Äquivalenztest in Hannover (HRVS) vom 05.05.12 bis 31.10.13.....	15



1 Einleitung

1.1 Allgemeines

Im Rahmen der Überwachung der Luftqualität werden in Niedersachsen kontinuierlich registrierende Messgeräte zur Bestimmung der PM₁₀-Feinstaubkonzentration an ortsfesten Messstationen eingesetzt. Die Anforderungen für PM₁₀-Messungen werden in der EU-Richtlinie über Luftqualität und saubere Luft in Europa [1] bzw. in der 39. BImSchV [2] genannt.

Bei der Durchführung von Messungen der PM₁₀-Konzentration ist das in der DIN EN12341:2012 Entwurf [3] beschriebene Verfahren der gravimetrischen Staubmassenbestimmung auf Filtern als Referenzmethode anzuwenden. Auf diese Weise soll gewährleistet werden, dass die Messergebnisse europaweit miteinander vergleichbar sind. Wegen des hohen technischen und personellen Aufwandes und bei der Abdeckung weiträumiger Gebiete kann die Referenzmessmethode jedoch nicht flächendeckend durchgeführt werden. Zudem liefert sie aufgrund der analytischen Probennachbearbeitung keine zeitnahen Messergebnisse. Zur aktuellen Information der Öffentlichkeit werden daher in der Regel automatisierte Messungen der PM₁₀-Feinstaubkonzentration durchgeführt. Um die Anforderungen der o. g. Richtlinien zu erfüllen, müssen die Ergebnisse der automatisierten Messungen nachträglich kalibriert werden.

Der Einsatz anderer, automatischer Messverfahren ist ausdrücklich erlaubt, wenn nachgewiesen wird, dass damit gleichwertige Ergebnisse wie mit der Referenzmessmethode erzielt werden. Voraussetzung für die Nutzung alternativer Messverfahren ist die Ermittlung eines konstanten Bezuges zwischen dem automatischen Messverfahren und der Referenzmessmethode, mit Hilfe dessen die Messergebnisse kalibriert werden können. Für den Nachweis der Gleichwertigkeit werden Äquivalenztests, auf der Basis von Vergleichsmessungen im Feld durchgeführt

1.2 Anlass und Ziel eines Äquivalenztests

Das Lufthygienische Überwachungssystem Niedersachsen (LÜN) wird seit September 2013 mit Messgeräten des Typs SHARP 5030 zur automatisierten PM₁₀-Messung ausgestattet. Im Hinblick auf die abschließende Umstellung von FH62 I-R Betastaubmetern auf SHARP-Monitore im Laufe des Jahres 2014, wurden von Anfang Mai 2012 bis Ende Oktober 2013 Vergleichsmessungen im Rahmen eines Äquivalenztests durchgeführt. Ziel der Untersuchungen war es, die Gleichwertigkeit der neuen Messgeräte mit der Referenzmethode festzustellen.

1.3 Grundlagen, Anforderungen

Der Äquivalenztest wurde gemäß Kapitel 9 des Guide to the Demonstration of Equivalence of ambient air monitoring methods [4] „TEST PROGRAMME 3 – METHODS FOR PARTICULATE MATTER“ ausschließlich als Feldtest durchgeführt und ausgewertet. Neben den einzelnen Anforderungen an die Referenz- bzw. Kandidatmethode gilt als ausschlaggebendes Kriterium für die Gleichwertigkeit im Hinblick auf das Referenzmessverfahren, eine erweiterte Messunsicherheit von maximal 25 % bezogen auf eine mittlere tägliche PM₁₀-Konzentration von 50 µg/m³ [1, 2] einzuhalten.



2 Beschreibung der Vergleichsmessungen

Zum Nachweis der Gleichwertigkeit der automatisierten PM₁₀-Messungen mit der Referenzmethode, wurden in einem Feldtest an der Verkehrsmessstation in Hannover (HRVS) entsprechende Vergleichsmessungen über einen Zeitraum von 18 Monaten durchgeführt. Es kamen dabei zwei Kleinfilterwechsler (LVS) des Typs Comde/Derenda PNS 18T 3.1 (Referenzmethode) und zwei Messgeräte des Typs SHARP 5030 (Kandidatmethode) zum Einsatz. Die Messgeräte waren derart angeordnet, dass die Ansaugung der Umgebungsluft in etwa 1,5 m und mit einem seitlichen Abstand der Probenahme von ebenfalls ca. 1,5 m über dem Containerdach erfolgte.

2.1 Kandidatmethode (SHARP 5030)

Als Kandidatmessverfahren wurden parallel zwei Messgeräte des Typs SHARP 5030 mit entsprechender datentechnischer Anbindung an das niedersächsische Luftmessnetz zur kontinuierlichen Überwachung der PM₁₀-Konzentration eingesetzt. Die Messgeräte sind eignungsgeprüft und werden in Anlehnung an die VDI-Richtlinie 2463 Blatt 5 [5] und gemäß der Standardarbeitsanweisung (SOP) „Kalibrierung kontinuierlicher Immissionsmessgeräte - Schwebstaub SHARP 5030“ betrieben.

Gerät 1: Nr. 777

Gerät 2: Nr. 764

2.2 Referenzmethode (LVS Derenda - PNS 18T-3.1)

Als Referenzmessverfahren kamen zwei bau- und ausstattungsgleiche Low-Volume-Sampler (LVS) des Typs PNS 18 T3.1 (Hersteller Comde/Derenda) - VDI-Richtlinie 2463 Blätter 7 und 8 [5] - zum Einsatz. Die Staubsammler wurden auf der Grundlage der DIN EN 12341:2012 E und entsprechend der Standardarbeitsanweisung (SOP) „Messungen der PM_x-Feinstaubkonzentration mit Filterwechslern – Gravimetrische Filteranalysen“ betrieben.

Gerät 1: Nr. 10246

Gerät 2: Nr. 10247

3 Beteiligte Dezernate

Der Feldversuch im Rahmen des Äquivalenztests fand in enger Abstimmung zwischen dem Messnetzbetrieb des Lufthygienischen Überwachungssystems Niedersachsen (LÜN, Dezernat 42) und dem Laborbetrieb (Dezernat 43) statt. Die technische Begleitung der SHARP 5030-Geräte wurde im Routinebetrieb der Messnetzaufgaben sichergestellt. Innerhalb der Wartungsintervalle wurden die notwendigen Wartungs- und Kalibrieraufgaben vom Servicebetrieb durchgeführt. Für das Referenzmessverfahren und die gravimetrischen Filteranalysen sowie die Auswertungen des Äquivalenztests war das analytische Labor verantwortlich.



4 Beurteilung der Ergebnisse des Feldtests

4.1 Anforderung an die Datenverfügbarkeit und die Datenquantität

Für die Auswertung der Vergleichsmessungen wurden 24-Stunden-Messwerte (Tagesmittelwerte) vom 5. Mai 2012 bis zum 31. Oktober 2013 herangezogen. Laut Anforderung sind bei einem Äquivalenztest Vergleichsmessungen an zwei Standorten vorzusehen, wobei mit jeweils 40 Datenpaaren die unterschiedlichen klimatischen Bedingungen zu berücksichtigen sind. In der folgenden Tabelle 1 wird die Datenverfügbarkeit bewertet.

Tabelle 1: Datenverfügbarkeit an PM₁₀-Vergleichsmessungen

Anzahl Datenpaare	Anforderung	Ergebnis	Bewertung
Anzahl (gesamt)	$n \geq 160$	192	Anforderung erfüllt
Anzahl > oBS	> 20 % von n	45	Anforderung erfüllt (23 %)

Die in allen vier Jahreszeiten gemessenen PM₁₀-Ergebnissen lassen sich als Datenpaare wie folgt aufteilen:

Frühjahr	n = 47
Sommer	n = 59
Herbst	n = 49
Winter	n = 37

Die Anforderung, von mindestens 40 Datenpaaren je Saison, wurde bis auf die Wintermonate erfüllt.

Anmerkung: Auf Vergleichsmessungen an einem weiteren Standort wurde, wegen des unverhältnismäßig hohen technischen Aufwandes und der Einschätzung, Datenpaare oberhalb der oberen Beurteilungsschwelle an einem Hintergrundstandort in der geforderten Anzahl zeitnah nicht erzielen zu können, verzichtet.

Im gesamt Datensatz wurden mit Hilfe des „Grubbs-Tests“ vier Ausreißer identifiziert, welches etwa 2 % der Gesamtdaten entspricht (bis 2,5 % der Datenpaare sind zulässig). Daneben wurden unvollständige Datensätze, beispielsweise aufgrund von technischen Störungen, komplett für den jeweiligen Probenahmetag gestrichen.

4.2 Anforderung an die Leistungsmerkmale der Messmethoden

Anhand der durchgeführten Doppelbestimmungen, sowohl mit dem Referenzmessverfahren als auch mit dem Kandidatmessverfahren, lassen sich die Leistungsmerkmale der eingesetzten Messmethoden beurteilen [6]. Die Anforderungen sind in der „between-sampler-uncertainty“ definiert. Neben dem Gesamtdatenkollektiv muss das entsprechend Kriterium auch für PM₁₀-Konzentrationen von Teildatensätzen < 30 µg/m³ und ≥ 30 µg/m³ mit einer jeweiligen Anzahl an Datenpaaren von $n \geq 40$ erfüllt werden.



In Tabelle 2 sowie in Tabelle 3 werden die Standardunsicherheiten der Doppelbestimmungen den jeweiligen Anforderungsparametern gegenübergestellt und bewertet.

Tabelle 2: Standardunsicherheiten der Kandidatmethode (SHARP 5030)

Datenpaare	Anforderung	Ergebnis	Bewertung
alle (n = 192)	$\leq 2,5 \mu\text{g}/\text{m}^3$	0,7 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	Anforderung erfüllt
< 30 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (n = 158)		0,6 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	Anforderung erfüllt
$\geq 30 \mu\text{g}/\text{m}^3$ (n = 34)		0,9 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	Anforderung erfüllt

Tabelle 3: Standardunsicherheiten der Referenzmethode (LVS – Derenda PNS 18 T3.1)

Datenpaare	Anforderung	Ergebnis	Bewertung
alle (n = 192)	$\leq 2 \mu\text{g}/\text{m}^3$	0,3 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	Anforderung erfüllt
< 30 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (n = 158)		0,3 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	Anforderung erfüllt
$\geq 30 \mu\text{g}/\text{m}^3$ (n = 34)		0,5 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	Anforderung erfüllt

4.3 Bewertung der Rohdaten

Im Folgenden wurden die Funktionsterme Steigungsmaß und Achsenabschnitt auf ihre Gültigkeit (Signifikanztest) sowie die Unsicherheit der Kandidatmethode (SHARP-Rohdatensatz) im Hinblick auf die Gleichwertigkeit zur Referenzmethode bewertet. Dabei wurde vorausgesetzt, dass zwischen beiden Messmethoden ein linearer Zusammenhang besteht, der mittels orthogonaler Regressionsrechnung geprüft wurde. Bei der Prüfung auf Signifikanz bedeuten:

- Das Steigungsmaß unterscheidet sich „nicht signifikant von 1“ wenn $|b-1| \leq 2u_b$
- Der Achsenabschnitt unterscheidet sich „nicht signifikant von 0“ wenn $|a| \leq 2u_a$

Die Ausführungen wurden, wie schon bei den Leistungsmerkmalen, für PM₁₀-Konzentrationen des gesamten Datensatzes und für die jeweiligen Teildatensätze < 30 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ und $\geq 30 \mu\text{g}/\text{m}^3$ dargestellt. Bei der Referenzmethode wurden die Datensätze hinsichtlich der Messbereichsspannen mit der jeweils gültigen Standardunsicherheit der Doppelbestimmungen berücksichtigt.



Tabelle 4: Orthogonale Regressionsanalyse der PM₁₀-Rohdaten

Referenzmethode: LVS, Kandidatmethode: SHARP 5030

Datensatz gesamt (Anzahl: n = 192)				
Funktionsterm		Unsicherheit	Bewertung	Erweiterte Messunsicherheit
Steigungsmaß	0,9398	$u_b = 0,0228$	signifikant	$u_E = 14,0 \%$
Achsenabschnitt	1,6133	$u_a = 0,5657$	signifikant	
Kalibrierfunktion: $y = 0,9398x + 1,6133$				
Teildatensatz < 30 µg/m³ (Anzahl: n = 158)				
Funktionsterm		Unsicherheit	Bewertung	Erweiterte Messunsicherheit
Steigungsmaß	0,8598	$u_b = 0,0431$	signifikant	$u_E = 22,6 \%$
Achsenabschnitt	2,8937	$u_a = 0,8560$	signifikant	
Teildatensatz ≥ 30 µg/m³ (Anzahl: n = 34)				
Funktionsterm		Unsicherheit	Bewertung	Erweiterte Messunsicherheit
Steigungsmaß	0,8421	$u_b = 0,0768$	signifikant	$u_E = 18,3 \%$
Achsenabschnitt	6,5141	$u_a = 3,1192$	signifikant	

4.4 Bewertung der Regressionsanalyse (PM₁₀-Rohdaten)

Aufgrund der signifikanten Abweichungen des Steigungsmaßes und des Achsenabschnitts von „1“ bzw. „0“, für den Gesamtdatensatz und die beiden Teildatensätze, wurde die Kalibrierfunktion auf der Basis des vollständigen Datensatzes ermittelt (siehe Tabelle 4 sowie im Anhang Tabelle A 1) [7]. Mit dieser Funktion ($y = 0,9398x + 1,6133$) wurde eine Korrektur der PM₁₀-Rohdaten der SHARP 5030-Geräte (Kandidatmethode) durchgeführt. Die folgende Bewertung der kalibrierten PM₁₀-Daten in Tabelle 5 wurde wiederum für den Gesamtdatensatz sowie die Teildatensätze der Konzentrationsbereiche < 30 µg/m³ und ≥ 30 µg/m³ durchgeführt.



Tabelle 5: Orthogonale Regressionsanalyse des kalibrierten PM₁₀-Datensatzes

Referenzmethode: LVS, Kandidatmethode: SHARP 5030

Datensatz gesamt (Anzahl: n = 192)				
Funktionsterm		Unsicherheit	Bewertung	Erweiterte Messunsicherheit
Steigungsmaß	1,0030	$u_b = 0,0214$	nicht signifikant	$u_E = 11,9 \%$
Achsenabschnitt	-0,0663	$u_a = 0,5316$	nicht signifikant	
Teildatensatz < 30 µg/m³ (Anzahl: n = 158)				
Funktionsterm		Unsicherheit	Bewertung	Erweiterte Messunsicherheit
Steigungsmaß	0,9224	$u_b = 0,0406$	nicht signifikant	$u_E = 15,9 \%$
Achsenabschnitt	1,2719	$u_a = 0,8045$	nicht signifikant	
Teildatensatz ≥ 30 µg/m³ (Anzahl: n = 34)				
Funktionsterm		Unsicherheit	Bewertung	Erweiterte Messunsicherheit
Steigungsmaß	0,9002	$u_b = 0,0722$	nicht signifikant	$u_E = 16,0 \%$
Achsenabschnitt	4,9075	$u_a = 2,9314$	nicht signifikant	

Da sich Steigungsmaß und Achsenabschnitt der jeweiligen Ausgleichsgeraden, nach der Kalibrierung der PM₁₀-Rohdatenergebnisse der SHARP 5030-Geräte (Kandidatmethode), von der jeweiligen Prüfgröße „1“ bzw. „0“ nicht signifikant unterscheiden, können weitergehende Korrekturen der Funktionsterme entfallen.

4.5 Bewertung der Messunsicherheit

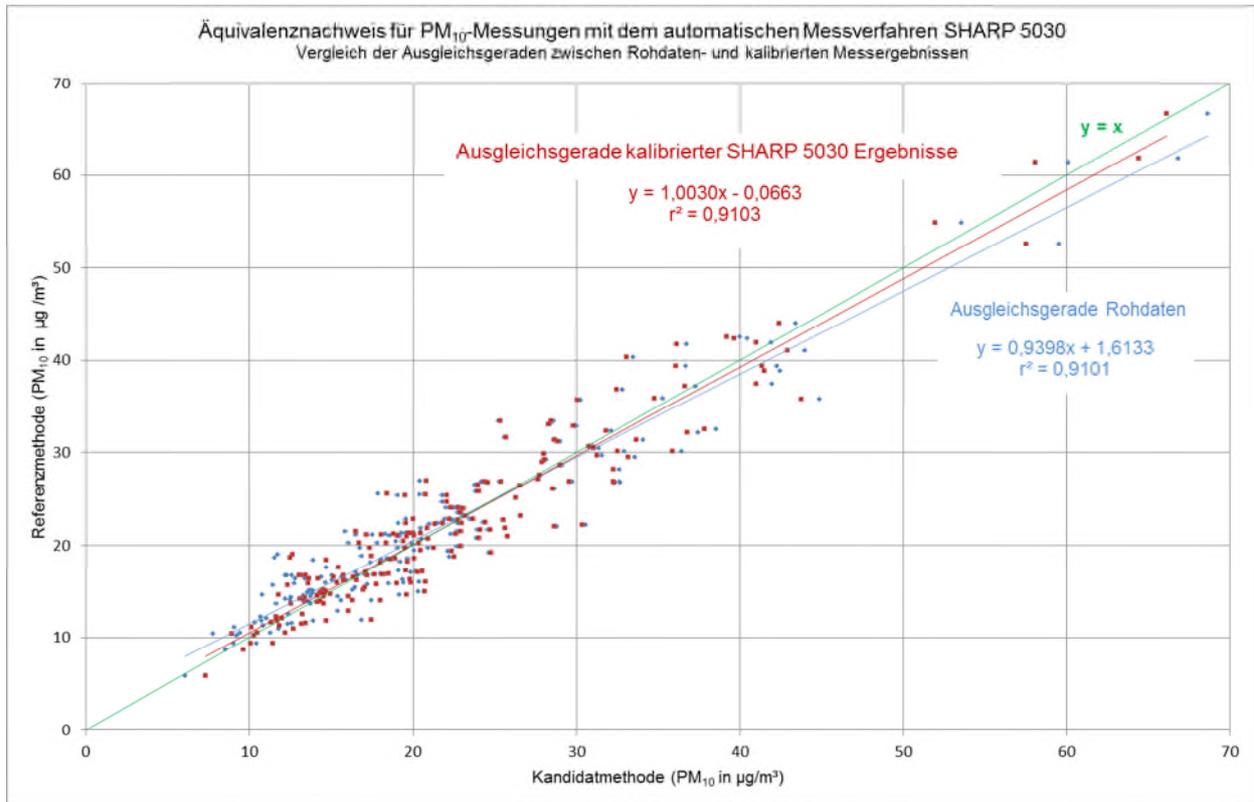
Die Bewertung der erweiterten relativen Unsicherheit wurde anhand der in den Datenqualitätszielen zur Luftqualitätsbeurteilung [1, 2] genannten Messgröße für Partikel vorgenommen. Wird von einer Kandidatmethode die geforderte Messunsicherheit von $\leq 25 \%$ erfüllt, gilt das Messverfahren gegenüber der Referenzmethode als gleichwertig. Da eine erweiterte relative Messunsicherheit von 11,9 % ermittelt wurde (siehe Anhang, Tabelle A 2), ergibt sich, nach erfolgter Kalibrierung, für die Messung der PM₁₀-Feinstaubkonzentration mittels SHARP 5030-Geräte die Gleichwertigkeit mit der Referenzmessmethode.

In der folgenden Abbildung 1 wird die, durch die Kalibrierung der SHARP 5030-Ergebnisse verbesserte, Anpassung der Ausgleichsgeraden aus PM₁₀-Rohdaten in Richtung der Funktionsgeraden $y = x$ deutlich. Zusätzlich verringert sich die erweiterte relative Messunsicherheit durch die



kalibrierten PM₁₀-Ergebnisse der SHARP-Geräte um rund 2 %, von zunächst 14,0 % bei den Rohdaten auf 11,9 % bei den kalibrierten Ergebnissen.

Abbildung 1: Ausgleichsgeraden der SHARP 5030-Ergebnisse
Vor (Rohdaten) und nach der Kalibrierung



5 Qualitätssicherung

Durch laufende Qualitätskontrollen war sicherzustellen, dass sowohl bei den Feldmessungen als auch bei den Laboruntersuchungen durch entsprechende Maßnahmen die geforderten Datenqualitätsziele erreicht werden konnten. Vor diesem Hintergrund wurden die notwendigen Wartungs- Prüf- und Kalibrierarbeiten, gemäß den o. g. Richtlinien sowie den Standardarbeitsanweisungen, in den vorgegebenen Intervallen durchgeführt. Die dabei verwendeten Prüfmittel können jeweils auf die entsprechenden Bezugsnormale zurückgeführt werden und unterliegen selbst sich wiederholenden Prüfungen seitens autorisierter Prüfinstitute (DKD).

5.1 PM₁₀-Messungen mit dem SHARP 5030 (Kandidatmethode)

Innerhalb eines Kalenderjahres werden in festgelegten Zeitabständen Gerätewartungen sowie Kontrollen und Kalibrierungen durchgeführt. Die Kalibrierung des SHARP 5030 setzt sich aus einer Nullpunktprüfung des Nephelometers mit einem HEPA-Filter und einer Funktionsprüfung der C₁₄-Strahler-Aktivität mit Hilfe von Glimmerfolien zusammen. Mindestens einmal pro Jahr und nach Reparatur oder Austausch wichtiger Bauteile werden sogenannte Kontrollkalibrierungen im Feld durchgeführt. Weitere qualitätssichernde Maßnahmen erstrecken sich über die



Kontrolle und Justierung von Temperatur-, Luftdruck und Feuchtigkeitssensoren, wobei jeweils zum Schluss der zuvor beschriebenen Arbeiten die Kontrolle und Justierung des Luftvolumenstroms erfolgt. Die Prüfparameter werden auf eigens dafür entwickelten Protokollen dokumentiert.

5.2 PM₁₀-Messungen mit Kleinfilterverfahren (Referenzmethode)

Vor dem Feldeinsatz der Geräte wurde die Kalibrierung der Luftvolumenströme mit einem zertifizierten Balgengaszähler im Labor überprüft. Während der Messkampagne beschränkten sich die Arbeiten am Messgerät auf die Reinigung des Probenahmesystems und das Fetten der Prallplatten. Erfahrungsgemäß sind die Justierungen an den Geräten sehr stabil, so dass erst nach dem Abschluss von Feldmessungen Kontrollen der Eingangsparameter vorgesehen werden.

Eigene Untersuchungen belegen, dass Kalibrierungen vor einer Messkampagne bisher ausnahmslos nach dem Ende der Messungen (Zeitraum \geq Monate) verifiziert werden können. Die Rekalibrierung des Luftvolumenstroms nach Ablauf der Vergleichsmessungen ergaben Abweichungen bei der Überprüfung von 0,9 % beim Messgerät Nr. 10246. Der gemäß Richtlinie [3] zulässige Wert von 2 % konnte somit eingehalten werden.

5.3 Gravimetrische Filteranalysen

Im Rahmen der Vergleichsmessungen wurden alle gravimetrischen Filteranalysen entsprechend der DIN EN 12341:2012 E durch Wiederholwägungen überprüft. Sowohl die unbelegten Filter als auch die mit Partikeln beaufschlagten Filter wurden jeweils im Abstand von mindestens 24 Stunden zweimal gewogen. Die dabei tolerierbaren Massenabweichungen von 40 μ g bei unbelegten Filtern sowie 60 μ g bei bestaubten Filtern wurden bei über 99 % der Wägebearbeitungen eingehalten.

6 Verifizierung des Äquivalenztests

Aufgrund vieler Einflüsse bei Feldmessungen und wegen periodisch wiederkehrender Kalibrierungen, beispielsweise von Volumenströmen, Temperatur- und Drucksensoren, gilt ein Äquivalenztest als zeitlich eingeschränkt repräsentativ. Daher ist es notwendig, Vergleichsmessungen fortzuführen, um auf diese Weise die sich verändernden Bedingungen an möglichst charakteristischen Messorten berücksichtigen zu können. Der Aufwand an Vergleichsmessungen, die für jeweils ein Kalenderjahr durchzuführen und auszuwerten sind, wird anhand des Übereinstimmungsgrades (Messunsicherheit) der Kandidatmethode mit der Referenzmethode bestimmt (Tabelle 6).



Tabelle 6: Vergleichsmessungen zur Verifizierung der Äquivalenz bei PM₁₀-Messungen

Erweiterte Unsicherheit (%)	≤ 10	10 – 15	15 - 20	20 - 25
Anteil der vorhandenen Messstationen (%)	10	10	15	20
Anzahl Vergleichsmessungen (mindestens 2)	2	3	4	5

Bei der Verwendung automatischer Messmethoden (Kandidatmethoden) müssen im Minimum an zwei Standorten Vergleichsmessungen zur Fortschreibung der Gleichwertigkeit der eingesetzten Messverfahren durchgeführt werden. Während der Vergleichsmessungen müssen mindestens 80 gültige, gleichmäßig über das Jahr verteilte, Datenpaare erzielt werden. Für das Lufthygienische Messnetz in Niedersachsen würde daraus folgen, dass bei einer aktuellen Messunsicherheitsspanne (Stand 2013) zwischen 10 und 15 % vergleichende Untersuchungen an 10 % der stationären Messorte vorzunehmen sind. Bei 29 eingesetzten Messgeräten des Typs SHARP 5030 müssen an 3 LÜN-Stationen Vergleichsmessungen im Feld durchgeführt werden.

7 Zusammenfassung

Im Rahmen eines Äquivalenztests konnte die Gleichwertigkeit der im Niedersächsischen Luftmessnetz eingesetzten Staubmessgeräte des Typs SHARP 5030 mit der Referenzmethode bestätigt werden. Gemäß den Anforderungen kann somit auf den flächendeckenden Einsatz der Referenzmethode verzichtet werden.

Aufgrund des aktuell festgestellten Qualitätsziels, von etwa 12 % erweiterte relative Messunsicherheit, müssen zukünftig an mindestens 3 Standorten Vergleichsmessungen zur laufenden Verifizierung der Gleichwertigkeit der SHARP 5030-Messgeräte durchgeführt werden.

Hildesheim, den 26.03.2014

Bericht erstellt:

geprüft:

Dipl. Ing. E. Klasmeier
(Sachbearbeiter)

Dr. W. Günther
(Dezernatsleiter Dez.43)

Dr. A. Hainsch
(Dezernatsleiter Dez. 42)



8 Literatur

- [1] Richtlinie 2008/50/EG des Europäischen Parlaments und des Rates vom 21.05.2008 über Luftqualität und saubere Luft für Europa
- [2] Neununddreißigste Verordnung zur Durchführung des Bundes-Immissionsschutzgesetzes (Verordnung über Luftqualitätsstandards und Emissionshöchstmengen – 39. BImSchV)
- [3] DIN EN 12341:2012 *Entwurf* - Ermittlung der PM₁₀-Fraktion von Schwebstaub - Referenzmethode und Feldprüfverfahren zum Nachweis der Gleichwertigkeit von Messverfahren und Referenzmessmethode
- [4] Guide to the Demonstration of Equivalence of ambient air monitoring methods (Januar 2010)
- [5] VDI-Richtlinienreihe 2463
 - Blatt 5: Messen von Partikeln - Messen der Massenkonzentration (Immission); Filterverfahren; Automatisiertes Filtergerät FH62 I
 - Blatt 7: Messen von Partikeln - Probenahmegerät zur Erfassung von Schwebstaub und gasförmigen chemischen Verbindungen in der Außenluft und Innenraumluft – Aktive Probenahme mittels Low-Volume-Sampler (LVS)
 - Blatt 8: Messen von Partikeln - Nicht fraktionierendes Probenahmesystem zur Erfassung von Schwebstaub in der Außenluft und Innenraumluft für Low-Volume-Sampler (LVS)
- [6] Richtlinie DIN EN ISO 20988:2007 Leitlinien zur Schätzung der Messunsicherheit – Anhang B.8, Berechnungsmethode Typ A6
- [7] Equivalence sheet - © Copyright RIVM 2011, The Netherlands, Version 2.8 Author: Ruben Beijk (ruben.beijk@rivm.nl)



Anhang

Tabelle A 1: Ergebnisse der orthogonalen Regressionsrechnung
(Rohdaten – Kandidatmethode)

Äquivalenz -Test (Rohdaten)
Referenzmessverfahren (Referenz) (RM): Derenda (LVS) Standardmessunsicherheit des RM: 0,3 µg/m ³ Testmessverfahren (Kandidat) (CM): SHARP Rohdaten (n = 192) Messobjekt: PM ₁₀ Messort: Hannover (HRVS) Messzeitraum: 05.05.2012 bis 31.10.13 Messergebnisse: TMW Grenzwert: 50 µg/m ³ Datenqualitätsziel der Messunsicherheit: 25 %
Orthogonale Regressionsanalyse
Steigungsmaß (b): 0,9398 µg/m ³ Standardunsicherheit der Steigung: 0,0228 µg/m ³ Achsenabschnitt (a): 1,6133 µg/m ³ Standardunsicherheit des Achsenabschnitts: 0,5657 µg/m ³ Bestimmtheitsmaß (r ²): 0,91
Äquivalenz Ergebnisse für die Kandidatmethode SHARP 5030
Zufällige Abweichungen: 3,18 µg/m ³ Systematische Abweichung am Grenzwert: 1,48 µg/m ³ Kombinierte Abweichungsunsicherheiten: 3,51 µg/m ³ Standardmessunsicherheit am Grenzwert: 7,02 % Erweiterte relative Messunsicherheit: 14,0 %



Tabelle A 2: Ergebnisse der orthogonalen Regressionsrechnung
(Kandidatmethode nach Kalibrierung)

Äquivalenz -Test (nach Kalibrierung)
Referenzmessverfahren (Referenz) (RM): Derenda (LVS) Standardmessunsicherheit des RM: 0,3 µg/m ³ Testmessverfahren (Kandidat) (CM): SHARP kalibriert (n = 192) Messobjekt: PM ₁₀ Messort: Hannover (HRVS) Messzeitraum: 05.05.2012 bis 31.10.13 Messergebnisse: TMW Grenzwert: 50 µg/m ³ Datenqualitätsziel der Messunsicherheit: 25 %
Orthogonale Regressionsanalyse
Steigungsmaß (b): 1,0030 µg/m ³ Standardunsicherheit der Steigung: 0,0214 µg/m ³ Achsenabschnitt (a): -0,0633 µg/m ³ Standardunsicherheit des Achsenabschnitts: 0,5316 µg/m ³ Bestimmtheitsmaß (r ²): 0,91
Äquivalenz Ergebnisse für die Kandidatmethode SHARP 5030
Zufällige Abweichungen: 2,98 µg/m ³ Systematische Abweichung am Grenzwert: -0,08 µg/m ³ Kombinierte Abweichungsunsicherheiten: 2,98 µg/m ³ Standardmessunsicherheit am Grenzwert: 5,96 % Erweiterte relative Messunsicherheit: 11,9 %



Tabelle A 3: Ergebnisse der Vergleichsmessungen
PM₁₀-Äquivalenztest in Hannover (HRVS) vom 05.05.12 bis 31.10.13

Probenahme- datum	LVS-1	LVS-2	SHARP-1	SHARP-2
	Nr.10246	Nr.10247	Nr. 764	Nr. 777
	PM ₁₀	PM ₁₀	PM ₁₀	PM ₁₀
	Referenz	Referenz	Kandidat	Kandidat
tt.mm.jj	µg/m ³	µg/m ³	µg/m ³	µg/m ³
05.05.12	15,2	13,6	11,6	13,5
07.05.12	22,6	22,4	24,9	23,7
11.05.12	17,6	16,8	20,4	19,9
13.05.12	13,6	13,7	13,6	13,9
15.05.12	17,2	17,0	20,0	19,7
17.05.12	12,6	12,5	12,8	11,9
19.05.12	14,5	14,8	18,2	20,2
21.05.12	30,0	29,4	31,9	31,2
23.05.12	37,3	37,6	42,1	41,8
25.05.12	18,4	19,3	17,3	16,4
29.05.12	26,4	27,9	27,3	28,1
31.05.12	32,6	32,4	36,9	40,2
20.06.12	22,2	21,1	24,2	25,1
22.06.12	25,8	25,3	18,1	17,7
24.06.12	11,9	11,7	14,6	13,3
26.06.12	15,0	15,2	13,5	14,3
28.06.12	24,9	25,9	19,4	18,7
09.08.12	15,6	14,7	16,7	15,9
11.08.12	14,8	14,2	15,3	15,4
13.08.12	18,8	17,6	17,6	17,3
15.08.12	22,7	23,0	23,1	23,9
17.08.12	24,7	24,6	22,0	21,6
19.08.12	18,6	18,5	19,4	19,9
23.08.12	24,0	24,1	22,2	21,9
25.08.12	11,6	12,2	16,3	17,5
27.08.12	16,4	16,7	13,9	15,0
10.09.12	25,9	26,9	26,8	26,3
12.09.12	15,6	16,3	14,3	15,0
14.09.12	25,4	26,2	22,8	24,8
16.09.12	16,8	15,8	19,4	19,3
18.09.12	16,8	15,9	12,6	13,0
04.10.12	11,4	11,5	13,2	11,5
06.10.12	9,6	9,1	9,5	11,4
08.10.12	17,6	19,5	18,2	17,9
20.10.12	29,6	29,4	33,9	33,3
22.10.12	52,0	53,2	57,8	61,3



Probenahme- datum	LVS-1	LVS-2	SHARP-1	SHARP-2
	Nr.10246	Nr.10247	Nr. 764	Nr. 777
	PM ₁₀	PM ₁₀	PM ₁₀	PM ₁₀
	Referenz	Referenz	Kandidat	Kandidat
tt.mm.jj	µg/m ³	µg/m ³	µg/m ³	µg/m ³
24.10.12	39,7	39,0	36,2	37,2
26.10.12	15,9	17,6	13,1	12,1
28.10.12	19,4	20,0	18,5	19,6
30.10.12	20,4	20,4	20,1	17,8
01.11.12	17,0	16,4	16,2	17,0
05.11.12	12,2	10,9	12,7	12,4
07.11.12	14,3	13,6	17,7	17,2
09.11.12	23,1	23,3	22,2	23,8
17.11.12	30,2	30,1	33,3	32,6
19.11.12	18,3	18,8	17,9	19,0
21.11.12	19,8	19,7	21,2	20,7
23.11.12	21,5	20,3	26,2	25,3
27.11.12	25,7	25,9	23,8	23,9
29.11.12	9,6	10,8	9,7	8,7
01.12.12	22,2	21,9	29,2	28,4
03.12.12	23,0	22,7	20,0	19,2
05.12.12	21,3	20,8	18,3	18,8
07.12.12	26,2	26,0	27,6	29,7
09.12.12	17,2	16,5	17,5	17,8
11.12.12	17,8	16,4	16,2	16,8
13.12.12	32,4	30,8	25,4	25,9
15.12.12	8,6	8,7	8,7	8,4
17.12.12	16,7	17,0	17,4	17,7
19.12.12	30,3	30,6	32,0	30,7
21.12.12	38,8	38,9	41,9	43,0
23.12.12	12,2	11,9	11,1	11,0
25.12.12	5,6	6,0	6,1	6,0
27.12.12	15,6	15,9	17,6	16,8
29.12.12	10,7	11,5	8,9	9,3
31.12.12	17,1	19,3	18,5	19,9
02.01.13	19,1	19,8	19,8	20,3
04.01.13	19,9	20,6	20,4	19,5
06.01.13	14,2	13,0	12,2	11,0
08.01.13	29,0	28,3	29,5	28,8
20.01.13	21,9	21,5	23,9	24,0
22.01.13	32,5	32,1	32,1	32,2
24.01.13	33,5	33,2	29,6	27,6
26.01.13	41,4	40,8	44,8	43,2
28.01.13	27,2	26,7	20,3	20,6
05.02.13	17,0	16,7	17,6	16,5



Probenahme- datum	LVS-1	LVS-2	SHARP-1	SHARP-2
	Nr.10246	Nr.10247	Nr. 764	Nr. 777
	PM ₁₀	PM ₁₀	PM ₁₀	PM ₁₀
	Referenz	Referenz	Kandidat	Kandidat
tt.mm.jj	µg/m ³	µg/m ³	µg/m ³	µg/m ³
07.02.13	17,7	17,5	15,1	14,3
09.02.13	21,7	20,3	19,9	18,4
11.02.13	36,7	36,9	33,3	32,3
13.02.13	44,4	43,6	43,0	43,8
15.02.13	61,8	61,0	59,5	60,7
17.02.13	54,6	55,1	53,8	53,3
19.02.13	27,1	26,5	24,7	26,0
21.02.13	11,5	11,7	10,8	9,9
23.02.13	30,5	30,9	31,0	31,1
25.02.13	41,9	42,0	42,0	41,8
27.02.13	16,6	16,8	11,8	12,7
01.03.13	33,3	33,5	24,9	25,6
03.03.13	21,2	21,7	15,3	16,4
05.03.13	35,6	35,7	30,6	30,0
07.03.13	65,5	67,8	68,8	68,4
09.03.13	30,2	30,1	37,0	35,9
11.03.13	21,8	20,7	17,7	18,9
13.03.13	42,8	41,9	40,0	40,9
15.03.13	31,5	30,8	28,8	29,2
17.03.13	30,1	32,6	28,7	28,8
19.03.13	42,4	41,2	36,6	36,9
21.03.13	29,5	29,0	27,6	28,7
23.03.13	20,4	20,2	17,6	18,0
25.03.13	26,7	26,3	23,3	24,2
27.03.13	24,3	23,9	22,1	23,0
29.03.13	62,4	61,2	66,2	67,5
31.03.13	33,5	32,6	27,7	29,1
02.04.13	22,2	21,5	19,4	21,6
04.04.13	22,9	21,8	21,8	21,3
06.04.13	21,1	21,2	18,2	16,8
08.04.13	38,0	36,3	37,2	37,4
16.04.13	32,1	32,2	36,1	38,8
20.04.13	23,7	24,3	22,3	23,4
22.04.13	40,0	40,7	33,2	33,8
24.04.13	42,6	42,5	41,7	38,3
26.04.13	35,2	36,5	35,1	35,5
28.04.13	13,7	15,4	13,8	12,9
30.04.13	25,2	25,7	20,3	20,5
02.05.13	26,3	27,4	24,1	24,3
04.05.13	27,2	28,0	28,1	27,6



Probenahme- datum	LVS-1	LVS-2	SHARP-1	SHARP-2
	Nr.10246	Nr.10247	Nr. 764	Nr. 777
	PM ₁₀	PM ₁₀	PM ₁₀	PM ₁₀
	Referenz	Referenz	Kandidat	Kandidat
tt.mm.jj	µg/m ³	µg/m ³	µg/m ³	µg/m ³
06.05.13	29,5	30,2	28,2	27,9
08.05.13	27,0	26,6	32,6	32,7
10.05.13	17,1	16,4	12,1	12,3
12.05.13	9,4	9,2	8,8	9,2
14.05.13	25,4	25,4	21,5	22,1
16.05.13	22,1	21,7	25,2	25,9
18.05.13	18,7	18,2	13,4	14,4
05.06.13	16,0	15,3	10,5	12,4
07.06.13	20,4	19,4	23,0	22,3
09.06.13	15,6	14,4	20,9	19,7
11.06.13	32,1	30,6	33,6	34,6
13.06.13	14,2	13,6	12,6	14,6
15.06.13	12,8	11,6	9,9	11,4
17.06.13	21,7	20,7	21,2	23,5
19.06.13	36,6	35,0	44,3	45,5
25.06.13	16,8	15,5	14,6	15,5
27.06.13	13,4	12,4	15,1	15,7
29.06.13	12,5	11,1	11,2	10,2
01.07.13	19,3	19,1	25,5	23,8
03.07.13	16,0	16,0	20,0	20,8
05.07.13	19,2	19,5	22,1	22,1
07.07.13	13,7	14,0	12,6	14,1
11.07.13	23,0	22,6	21,5	22,4
13.07.13	15,4	15,4	15,8	17,1
15.07.13	21,2	21,1	17,2	15,8
17.07.13	23,7	22,7	26,4	26,7
19.07.13	21,5	21,4	21,8	23,6
21.07.13	15,3	14,9	13,5	13,9
23.07.13	26,6	27,1	29,7	29,8
27.07.13	28,3	28,1	33,0	32,2
29.07.13	22,5	22,8	25,9	25,1
31.07.13	16,0	15,7	18,7	18,3
02.08.13	23,2	21,6	23,1	22,4
04.08.13	16,7	15,7	16,0	15,9
06.08.13	20,9	20,7	24,4	23,4
08.08.13	17,4	17,2	19,1	19,1
10.08.13	19,9	17,6	22,8	21,6
12.08.13	16,0	15,9	20,4	18,5
14.08.13	15,0	14,7	14,5	12,5
16.08.13	27,1	26,4	25,0	24,0



Probenahme- datum	LVS-1	LVS-2	SHARP-1	SHARP-2
	Nr.10246	Nr.10247	Nr. 764	Nr. 777
	PM ₁₀	PM ₁₀	PM ₁₀	PM ₁₀
	Referenz	Referenz	Kandidat	Kandidat
tt.mm.jj	µg/m ³	µg/m ³	µg/m ³	µg/m ³
18.08.13	15,1	14,3	14,7	13,7
20.08.13	16,2	16,8	16,3	15,0
22.08.13	25,5	24,7	26,7	25,9
24.08.13	21,2	20,9	20,1	19,2
26.08.13	20,0	19,5	16,5	16,9
28.08.13	29,6	28,4	27,4	28,5
30.08.13	40,2	38,5	42,4	42,1
01.09.13	18,3	19,1	11,9	11,2
03.09.13	22,2	22,5	19,6	18,6
05.09.13	16,5	17,1	15,1	15,0
09.09.13	14,4	14,9	11,3	10,4
11.09.13	14,2	13,7	16,6	14,6
13.09.13	21,3	21,4	20,9	17,7
15.09.13	10,7	10,2	7,9	7,6
17.09.13	14,7	14,2	14,7	12,8
19.09.13	16,4	16,4	13,9	13,0
21.09.13	10,6	10,4	11,9	10,7
23.09.13	15,1	16,7	13,0	12,5
25.09.13	21,5	21,0	21,9	17,2
27.09.13	22,3	22,2	20,0	22,0
29.09.13	10,9	10,9	12,6	11,0
01.10.13	22,3	23,3	22,6	22,3
03.10.13	20,7	20,8	20,7	20,4
05.10.13	26,7	27,0	32,4	32,8
07.10.13	20,5	20,1	15,5	16,6
09.10.13	33,1	32,7	30,0	30,0
11.10.13	22,4	22,0	31,8	29,4
13.10.13	14,3	14,0	12,0	12,4
15.10.13	21,4	21,1	19,4	20,7
17.10.13	19,0	19,1	12,2	11,3
19.10.13	17,0	16,9	18,2	17,8
21.10.13	15,3	14,2	14,0	13,7
23.10.13	11,6	10,9	11,5	10,2
25.10.13	23,5	23,6	22,6	22,8
27.10.13	10,6	10,4	9,5	9,3
29.10.13	14,2	14,1	13,1	11,9