

DIN EN 14662-1



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

ICS 13.040.20

**Luftbeschaffenheit –
Standardverfahren zur Bestimmung von Benzolkonzentrationen –
Teil 1: Probenahme mit einer Pumpe mit anschließender
Thermodesorption und Gaschromatographie;
Deutsche Fassung EN 14662-1:2005**

Ambient air quality –
Standard method for measurement of benzene concentrations –
Part 1: Pumped sampling followed by thermal desorption and gas chromatography;
German version EN 14662-1:2005

Qualité de l'air ambiant –
Méthode pour le mesurage des concentrations en benzène –
Partie 1: Échantillonnage par pompage suivi d'une désorption thermique et d'une
chromatographie en phase gazeuse;
Version allemande EN 14662-1:2005

Gesamtumfang 40 Seiten

Kommission Reinhaltung der Luft (KRdL) im VDI und DIN – Normenausschuss



Nationales Vorwort

Dieses Dokument EN 14662-1 wurde vom Technischen Komitee „Luftbeschaffenheit“, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird, unter intensiver Mitwirkung deutscher Experten erarbeitet, die von der Kommission Reinhaltung der Luft (KRdL) im VDI und DIN — Normenausschuss benannt worden sind.

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 5725-2 siehe DIN ISO 5725-2

ISO 5725-3 siehe DIN ISO 5725-3

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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*

DIN ISO 5725-3, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 3: Präzisionsmaße eines vereinheitlichten Messverfahrens unter Zwischenbedingungen*

Deutsche Fassung

**Luftbeschaffenheit —
Standardverfahren zur Bestimmung von
Benzolkonzentrationen —
Teil 1: Probenahme mit einer Pumpe mit anschließender
Thermodesorption und Gaschromatographie**

Ambient air quality —
Standard method for measurement of benzene
concentrations —
Part 1 : Pumped sampling followed by thermal desorption
and gas chromatography

Qualité de l'air ambiant —
Méthode pour le mesurage des concentrations
en benzène —
Partie 1: Echantillonnage par pompage suivi d'une
désorption thermique et d'une chromatographie en phase
gazeuse

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 21. März 2005 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 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, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



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

Management-Zentrum: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Beschreibung des Verfahrens	6
4.1 Kurzbeschreibung	6
4.2 Reagenzien und Materialien	6
4.3 Geräte	9
4.4 Konditionieren des Probenrohres	10
4.5 Einstellen des Probenahmeverbinderstromes	10
4.6 Probenahme	11
4.7 Verfahren	12
4.8 Berechnen der Massenkonzentration von Benzol	14
4.9 Analysenbericht	14
5 Bestimmung der Messunsicherheit	15
5.1 Einleitung	15
5.2 Parameter, die zur Messunsicherheit beitragen	15
6 Anwendungshinweise	17
Anhang A (informativ) Extrapolierte Retentionsvolumina und sichere Probenahmeverbinder für Benzol bei 20 °C	18
Anhang B (informativ) Beschreibung von Sorbensarten	19
Anhang C (informativ) Anleitung zur Auswahl von Sorbenzien	20
Anhang D (informativ) Anleitung zum Gebrauch der Sorbenzien	21
Anhang E (informativ) Bestimmung des Durchbruchvolumens mit Prüfgasen	22
Anhang F (informativ) Bestimmung des Durchbruchvolumens aus dem extrapolierten Retentionsvolumen	24
Anhang G (informativ) Beurteilung der Verfahrensindikatoren und Unsicherheitsbeiträge	25
Anhang H (informativ) Verfahrenskenngrößen	36
Literaturhinweise	38

Vorwort

Dieses Dokument (EN 14662-1:2005) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 264 „Luftbeschaffenheit“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis November 2005, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis November 2005 zurückgezogen werden.

Dieses Dokument wurde unter einem Mandat erarbeitet, das die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelszone dem CEN erteilt haben, und unterstützt grundlegende Anforderungen der EG-Richtlinien 2000/69/EG und 96/62/EG.

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

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von EN 14662 gibt allgemeine Anleitungen für die Probenahme und Analyse von Benzol in Luft durch Probenahme mit einer Pumpe, Thermodesorption und Kapillar-Gaschromatographie.

Dieser Teil von EN 14662 ist in Übereinstimmung mit der allgemeinen Methode, die als Grundlage des Referenzverfahrens der Europäischen Union zur Bestimmung von Benzol in Außenluft [1] gewählt wurde, um Messergebnisse mit Grenzwerten auf Basis von Jahresmittelwerten zu vergleichen.

Dieser Teil von EN 14662 ist anwendbar für die Bestimmung von Benzol in einem Massenkonzentrationsbereich von etwa $0,5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ bis $50 \mu\text{g}/\text{m}^3$ in Luftproben, die repräsentativ über eine Zeitspanne von 24 h genommen wurden.

Die obere Grenze des Anwendungsbereichs wird durch die Sorptionskapazität des Sorbens und den linearen dynamischen Bereich der gaschromatographischen Säule und des Detektors bzw. vom Trennvermögen der verwendeten Analysengeräte angegeben. Die untere Grenze des Anwendungsbereichs hängt vom Rauschpegel des Detektors und von den Benzolblindwerten und/oder störenden Artefakten auf dem Sorbens ab. Der Gehalt an Artefakten liegt üblicherweise im unteren Nanogrammbereich für Sorbenzien; allerdings wurden höhere Gehalte an aromatischen Kohlenwasserstoffen in anderen Sorbenzien beobachtet. Die Nachweisgrenze beträgt ungefähr 1/10 der unteren Grenze des Anwendungsbereichs.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Normen sind für die Anwendung dieses Dokumentes erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokumentes (einschließlich aller Änderungen).

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

EN ISO 16017-1:2000, *Innenraumlufte, Außenluft und Luft am Arbeitsplatz — Probenahme und Analyse flüchtiger organischer Verbindungen durch Sorptionsröhrchen/thermische Desorption/Kapillar-Gaschromatographie — Teil 1: Probenahme mit einer Pumpe (ISO 16017-1:2000)*

EN ISO/IEC 17025, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien (ISO/IEC 17025:1999)*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

ANMERKUNG Es wird darauf hingewiesen, dass die Begriffe „Außenluft“ und „Grenzwert“ in der Richtlinie 96/62/EG [2] definiert sind.

3.1

zertifiziertes Referenzmaterial

Referenzmaterial [3.5] mit einem Zertifikat, in dem unter Angabe der Unsicherheit und des zugehörigen Vertrauensniveaus ein oder mehrere Merkmalswerte aufgrund eines Ermittlungsverfahrens zertifiziert sind, mit dem die Rückverfolgbarkeit der Werte auf eine genaue Realisierung der Einheit erreicht wird

[ISO Guide 30:1992]

3.2**kombinierte Standardunsicherheit**

Standardunsicherheit eines Messergebnisses, wenn das Ergebnis aus den Werten mehrerer anderer Größen, gleich der positiven Quadratwurzel einer Summe von Termen erhalten wird. Diese Terme sind die Varianzen oder Kovarianzen dieser anderen Größen, die entsprechend der Abhängigkeit der Messergebnisse von diesen Größen gewichtet werden

[ENV 13005:1999]

3.3**Desorptionsausbeute**

das Verhältnis der von einer Probenahmapparatur desorbierten Analytmasse zur aufgegebenen Masse

[EN 1076:1997]

3.4**erweiterte Messunsicherheit**

Eine Größe, die ein Intervall um das Messergebnis definiert, von dem erwartet wird, dass es einen großen Anteil der Verteilung der Werte, die berechtigterweise auf die Messgröße zurückzuführen sind, enthält

[ENV 13005:1999]

ANMERKUNG 1 Der Anteil kann als die mit der Erweiterung zusammenhängende Wahrscheinlichkeit oder als Konfidenzniveau des Intervalls angesehen werden.

ANMERKUNG 2 Um ein konkretes Konfidenzniveau mit einem durch die erweiterte Unsicherheit definierten Intervall zu assoziieren, sind explizite oder implizite Annahmen hinsichtlich der Wahrscheinlichkeitsverteilung notwendig, die durch das Messergebnis und seine kombinierte Standardunsicherheit charakterisiert ist. Das Konfidenzniveau, das auf dieses Intervall zurückzuführen ist, kann nur in dem Ausmaß bekannt sein, in dem diese Annahmen gerechtfertigt sind.

ANMERKUNG 3 In ENV 13005:1999 wird die erweiterte Messunsicherheit mit „Gesamtunsicherheit“ bezeichnet.

3.5**Referenzmaterial**

Material oder Substanz von ausreichender Homogenität, von dem bzw. der ein oder mehrere Merkmalswerte so genau festgelegt sind, dass sie zur Kalibrierung von Messgeräten, zur Beurteilung von Messverfahren oder zur Zuweisung von Stoffwerten verwendet werden können

[ISO Guide 30:1992]

3.6**Wiederholbedingungen**

Bedingungen, unter denen innerhalb kurzer Zeit mit demselben Verfahren auf dasselbe Prüfobjekt im selben Laboratorium vom selben Anwender mit demselben Gerät unabhängige Versuchsergebnisse erhalten werden

[ISO 3534-1:1993]

3.7**Probenahmeeffizienz**

Verhältnis der von einem Probenahmegerät gesammelten Masse eines Analyten zur aufgegebenen Masse

3.8**Standardmessunsicherheit**

Unsicherheit eines Messergebnisses, ausgedrückt als Standardabweichung

[ENV 13005:1999]

3.9

(Mess)unsicherheit

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

ANMERKUNG 1 Der Parameter kann beispielsweise eine Standardabweichung (oder ein gegebenes Vielfaches davon), oder die halbe Weite eines Bereiches sein, der ein festgelegtes Konfidenzniveau hat.

ANMERKUNG 2 Messunsicherheit enthält im Allgemeinen viele Komponenten. Einige dieser Komponenten können aus der statistischen Verteilung der Ergebnisse einer Messreihe ermittelt und durch empirische Standardabweichungen gekennzeichnet werden. Die anderen Komponenten, die ebenfalls durch Standardabweichungen charakterisiert werden können, werden aus angenommenen Wahrscheinlichkeitsverteilungen ermittelt, die sich auf Erfahrung oder andere Information gründen.

ANMERKUNG 3 Es wird vorausgesetzt, dass das Messergebnis der beste Schätzwert für den Wert der Messgröße ist, und dass alle Komponenten der Unsicherheit zur Streuung beitragen, eingeschlossen diejenigen, welche von systematischen Einwirkungen herrühren, z. B. solche, die von Korrekturen und Bezugsnormen stammen.

[ENV 13005:1999]

Es wird darauf aufmerksam gemacht, dass die Ausdrücke „Außenluft“ und „Grenzwert“ in der Richtlinie 96/62/EG [2] festgelegt sind.

4 Beschreibung des Verfahrens

4.1 Kurzbeschreibung

Ein abgemessenes Probenluftvolumen wird nach EN ISO 16017-1 durch ein Sorptionsrohr gesaugt. Bei Wahl geeigneter Sorbenzien wird das Benzol vom Sorbens zurückgehalten und so aus dem Luftstrom entfernt. Das gesammelte Gas (auf jedem Rohr) wird durch Wärme desorbiert und mit Hilfe eines inerten Trägergases in einen Gaschromatographen überführt, der mit einer Kapillarsäule und einem Flammenionisationsdetektor oder einem anderen geeigneten Detektor ausgerüstet ist, und dort analysiert. Das Verfahren wird durch Zugabe von Flüssigkeit oder Gas auf ein Sorptionsrohr kalibriert.

4.2 Reagenzien und Materialien

Zur Analyse dürfen nur Reagenzien bekannter Reinheit verwendet werden.

Nur kalibrierte Glasbehälter und Spritzen dürfen verwendet werden, damit die Rückverfolgbarkeit des Volumens auf Primärstandards sichergestellt ist.

4.2.1 Benzol

Benzol wird als Reagens zum Kalibrieren benötigt, entweder durch Zugabe als Flüssigkeit (4.2.7 bis 4.2.9) oder gasförmig (4.2.4 bis 4.2.6) auf Sorptionsrohre. Das verwendete Benzol muss mindestens eine Reinheit von 99,5 % aufweisen.

4.2.2 Verdünnungslösemittel

Zum Herstellen von Kalibriermischungen für die Zugabe als Flüssigkeit (4.2.7) wird ein Verdünnungslösemittel benötigt.

ANMERKUNG Häufig wird Methanol verwendet. Andere Lösemittel dürfen verwendet werden, wenn sie nicht bei der gaschromatographischen Analyse durch Ko-Elution oder durch Ändern der Detektorempfindlichkeit stören.

4.2.3 Sorbenzien

Eine Partikelgröße von 0,18 mm bis 0,25 mm (60 mesh bis 80 mesh) wird empfohlen. Partikelgrößen über 0,18 mm bis 0,25 mm dürfen verwendet werden; allerdings können die Durchbruchseigenschaften nach Anhang A beeinflusst werden. Kleinere Partikelgrößen werden wegen Problemen mit dem Rückdruck nicht empfohlen. Vor dem Packen der Rohre sollte jedes Sorbens durch Ausheizen über Nacht unter Inertgas auf mindestens 25 °C unter die veröffentlichte Maximaltemperatur für dieses Sorbens vorkonditioniert werden. Um Rekontamination der Sorbenzien zu vermeiden, müssen diese beim Abkühlen auf Raumtemperatur, bei der Lagerung und beim Packen der Rohre unter reiner Atmosphäre gehalten werden. Die analytischen Desorptionstemperaturen sollten möglichst unter der Temperatur für die Konditionierung liegen. Für die meisten Sorbenzien sind vom Hersteller vorgepackte Rohre im Handel erhältlich und benötigen daher nur eine Konditionierung.

ANMERKUNG Eine Beschreibung von Sorbenzien findet sich in Anhang B; eine Anleitung zur Auswahl von Sorbenzien zeigt Anhang C. Äquivalente Sorbenzien dürfen verwendet werden. Eine Anleitung zum Konditionieren der Sorbenzien und analytische Desorptionsparameter gibt Anhang D wieder.

4.2.4 Kalibrierstandards

Kalibrierstandards werden vorzugsweise durch Aufgabe der benötigten Menge an Benzol aus Prüfgasen auf die Sorptionsrohre (siehe 4.2.5 und 4.2.6) hergestellt, da diese Vorgehensweise der Probenahme in der Praxis am nächsten kommt.

ANMERKUNG Die in 4.2.6, 4.2.7 und 4.2.9 aufgeführten Aufgabebereiche sind nicht zwingend; sie sind dem Anwendungsbereich für eine 10-l-Probe angenähert. Für besondere Anwendungen, bei denen größere Volumina zur Bestimmung niedrigerer Konzentrationen verwendet werden, können andere Aufgabebereiche geeigneter sein.

Sollte diese Vorgehensweise nicht praktikabel sein, können die Standards durch Aufgabe einer Flüssigkeit (siehe 4.2.7 bis 4.2.9) hergestellt werden, wenn die Genauigkeit der Zugabetechnik entweder

- a) durch Anwendung von Verfahren nachgewiesen wurde, die Aufgabemengen ergeben, die vollständig auf Primärstandards der Masse und/oder des Volumens rückverfolgbar sind, oder
- b) durch Vergleich mit Referenzmaterialien (falls verfügbar), durch Standards, die aus Prüfgasen hergestellt wurden oder durch Vergleich mit Referenzmessverfahren bestätigt wurde.

Um Matrixeffekte zu minimieren, sollten die Kalibrierrohre weitestgehend den Probenahmerohren hinsichtlich Art des Sorbens, Partikelgröße und Sorbensmasse angeglichen sein.

4.2.5 Prüfgase

Prüfgase mit bekannten Benzolkonzentrationen werden nach einem anerkannten Verfahren hergestellt. Geeignet sind die Verfahren, die in ISO 6144 und ISO 6145 beschrieben sind. Wenn das Verfahren nicht unter Bedingungen angewandt wird, die die vollständige Rückverfolgbarkeit der erzeugten Konzentrationen auf Primärstandards von Masse und/oder Volumen erlauben, müssen die Konzentrationen mit einem unabhängigen Verfahren bestätigt werden.

4.2.6 Standardsorptionsrohre, mit Prüfgasen beladen

Beladene Sorptionsrohre werden hergestellt, indem ein genau bekanntes Volumen des Prüfgases z. B. mit einer Pumpe durch das Sorptionsrohr geleitet wird. Das Volumen des gesammelten Prüfgases darf das Durchbruchvolumen des Sorbens nicht überschreiten. Nach dem Beladen wird das Rohr abgenommen und verschlossen. Für jede Probenahmeserie sind neue Standards herzustellen, deren Benzolgehalte einem Konzentrationsbereich von 0,5 µg/m³ bis 50 µg/m³ entsprechen. Alternativ dürfen aufgestockte Kontrollproben verwendet werden, um eine gleich bleibende Detektorempfindlichkeit sicherzustellen.

4.2.7 Herstellen von Standardlösungen für die Zugabe von Flüssigkeiten

4.2.7.1 Lösung mit einer Benzolkonzentration von ungefähr 100 µg/ml

Ein 100-ml-Messkolben wird ausgewogen, dann werden ungefähr 75 ml Verdünnungslösemittel (4.2.2) zugegeben. Danach werden ungefähr 10 mg Benzol in den Kolben eingewogen. Mit Verdünnungslösemittel wird auf 100 ml aufgefüllt. Der Kolben wird dann verschlossen, gewogen und durch Schütteln gemischt.

ANMERKUNG Um sicherzustellen, dass die Unsicherheit der eingewogenen Benzolmasse dem Anwendungsbereich angepasst ist, muss die Wägeunsicherheit der verwendeten Apparatur ($k = 2$) weniger als $\pm 70 \mu\text{g}$ betragen.

4.2.7.2 Lösung mit einer Benzolkonzentration von ungefähr 50 µg/ml

30 ml Verdünnungslösemittel werden in einen ausgewogenen 100-ml-Messkolben gegeben. 50 ml der Lösung 4.2.7.1 werden eingewogen. Mit Verdünnungslösemittel wird auf 100 ml aufgefüllt; der Kolben wird verschlossen, gewogen und durch Schütteln gemischt.

4.2.7.3 Lösung mit einer Benzolkonzentration von ungefähr 10 µg/ml

50 ml Verdünnungslösemittel werden in einen ausgewogenen 100-ml-Messkolben gegeben. 20 ml der Lösung 4.2.7.2 werden eingewogen. Mit Verdünnungslösemittel wird auf 100 ml aufgefüllt; der Kolben wird verschlossen, gewogen und durch Schütteln gemischt.

4.2.7.4 Lösung mit einer Benzolkonzentration von ungefähr 5 µg/ml

50 ml Verdünnungslösemittel werden in einen ausgewogenen 100-ml-Messkolben gegeben. 10 ml der Lösung 4.2.7.2 werden eingewogen. Mit Verdünnungslösemittel wird auf 100 ml aufgefüllt; der Kolben wird verschlossen, gewogen und durch Schütteln gemischt.

4.2.7.5 Lösung mit einer Benzolkonzentration von ungefähr 1 µg/ml

50 ml Verdünnungslösemittel werden in einen ausgewogenen 100-ml-Messkolben gegeben. 10 ml der Lösung 4.2.7.3 werden eingewogen. Mit Verdünnungslösemittel wird auf 100 ml aufgefüllt; der Kolben wird verschlossen, gewogen und durch Schütteln gemischt.

4.2.8 Stabilität der Kalibriermischungen

Frische Standards sollten wöchentlich, bei Anzeichen von Zersetzung häufiger hergestellt werden.

4.2.9 Standardsorptionsrohre, durch Flüssigkeitszugabe beladen

Beladene Sorptionsrohre werden hergestellt, indem Aliquots von Kalibrierlösungen auf saubere Sorptionsrohre folgendermaßen injiziert werden: Ein Sorptionsrohr wird an ein T-Stück, dessen eines Ende mit einem Septum versehen ist, oder an die Injektionseinheit des Gaschromatographen angeschlossen, durch die ein inertes Spülgas mit einem Volumenstrom von 100 ml/min geleitet wird. Dann wird ein 5-µl-Aliquot einer geeigneten Kalibrierlösung durch das Septum injiziert und 5 min gespült. Das Rohr wird dann abgenommen und verschlossen. Für jede Probenahmeserie sind frische Standards herzustellen.

ANMERKUNG 1 Bei Methanol wurde festgestellt, dass bei Tenax als Sorbens ein Spülgasstrom von 100 ml/min und eine Spüldauer von 5 min geeignet sind, den größten Teil des Verdünnungslösemittels aus dem Rohr zu entfernen. Wenn andere Verdünnungslösemittel und Sorbenzien verwendet werden, sollten die Bedingungen experimentell überprüft werden.

ANMERKUNG 2 Ein üblicher gaschromatographischer Injektor darf zur Herstellung der Rohrstandards verwendet werden. Der Injektor kann eingebaut oder getrennt angebracht sein. Die Trägergasleitung zum Injektor sollte beibehalten werden. Der Injektor sollte gegebenenfalls an das Probenrohr angepasst werden; dies kann bequem durch eine Druckkupplung mit O-Ringdichtung geschehen.

4.3 Geräte

Die nachstehenden speziellen Laboratoriumsgeräte sind erforderlich.

4.3.1 Sorptionsrohre

Die Rohre müssen zur verwendeten Thermodesorptionsapparatur (4.3.10) passen. Üblicherweise, aber nicht ausschließlich, sind es Rohre aus nicht rostendem Edelstahl mit Außendurchmesser von 6,4 mm ($\frac{1}{4}$ inch), Innendurchmesser von 5 mm und einer Länge von 90 mm. Rohre anderer Abmessungen dürfen verwendet werden, jedoch beruhen die sicheren Probenahmevolumina (SSV) in Anhang A auf diesen Rohrabmessungen. Ein Ende des Rohres ist etwa 10 mm vom Probeneinlass markiert, z. B. mit einem eingeritzten Ring. Die Rohre werden mit vorkonditioniertem Sorbens so gefüllt, dass sich das Sorbensbett in der beheizten Zone des Desorbers befindet und zur Minimierung von Fehlern, die durch Diffusionsvorgänge bei sehr niedrigen Volumenströmen durch die Pumpe hervorgerufen werden, von jedem Ende mindestens 14 mm entfernt ist. Die Rohre enthalten je nach Dichte des Sorbens 200 mg bis 1 000 mg Sorbens — typischerweise etwa 250 mg poröses Polymer. Die Sorbenzien werden durch Siebe aus nicht rostendem Stahl und/oder unsilanisierte Glaswollepfropfen fixiert.

4.3.2 Endkappen für die Sorptionsrohre

Die Rohre müssen entsprechend den Anforderungen aus EN ISO 16017-1 oder äquivalent verschlossen werden, z. B. mit metallenen Schraubkappen mit PTFE-Dichtungen.

4.3.3 Spritzen

Eine Präzisions-Flüssigkeitsspritze mit 10 μ l Nennvolumen, ablesbar auf 0,1 μ l. Das Volumen des geförderten Volumens muss gravimetrisch kalibriert werden.

4.3.4 Probenahmegerät

Ein Probenahmegerät, das einen vorgegebenen Volumenstrom von 5 ml/min bis 200 ml/min mit einer Unsicherheit innerhalb von ± 5 % während der erforderlichen Probenahmedauer (üblicherweise 24 h) einhalten kann. Daher dürfen folgende Geräte verwendet werden:

- Pumpe mit einstellbarem Volumenstrom;
- Vakuumpumpe mit kritischer Düse;
- Massenflussregler, der von einer Vakuumpumpe betrieben wird;
- Vakuumpumpe mit konstantem Druckabfall über eine Flussbegrenzung.

ANMERKUNG Das Probenahmegerät muss ggf. den jeweiligen Sicherheitsvorschriften entsprechen.

4.3.5 Schlauchleitungen

Leitungen geeigneter Länge und geeigneten Durchmessers zur dichten Verbindung von Pumpe und Probenahmerohr oder ggf. Rohrhalter.

4.3.6 Volumenstromkalibriergerät zum Kalibrieren der Pumpe

Ein Durchflussmesser, der im gewünschten Volumenstrombereich (4.3.4) rückverfolgbar gegen einen primären Flusstandard kalibriert ist. Die Unsicherheit der Kalibrierung des Volumenstrommessgerätes muss kleiner als oder gleich 2 % sein.

ANMERKUNG Die Verwendung eines unkalibrierten integrierenden Volumenstrommessgerätes für die Kalibrierung der Pumpendurchflüsse kann zu großen systematischen Fehlern führen.

4.3.7 Schutz vor Niederschlägen

Eine Schutzabdeckung, die verhindert, dass während der Probenahme Partikel oder Wassertropfen in das Sorptionsrohr gelangen.

ANMERKUNG In EN 13528-3 werden verschiedene Schutzvorrichtungen für Passivsammler beschrieben, die auch für aktive Probenahmegeräte geeignet sein können.

4.3.8 Halteeinrichtung

Ein Gerät, das das Probenahmegerät und das Sorptionsrohr in geeigneter Höhe und Entfernung von Hindernissen positioniert, um eine ungestörte Probenahme sicherzustellen.

4.3.9 Gaschromatograph

Ein Gaschromatograph mit geeignetem Detektor (z. B. Flammenionisations-, Photoionisations- oder massenspektrometrischer Detektor, der eine injizierte Masse von 0,5 ng Benzol mit einem Signal/Rausch-Verhältnis von mindestens 5 : 1 anzeigen kann).

Eine gaschromatographische Säule, die Benzol von anderen Komponenten abtrennen kann.

4.3.10 Thermodesorptionsgerät

Ein Gerät für die zweistufige Thermodesorption der Sorptionsrohre und für den Transfer des desorbierten Gases mittels Inertgasstrom in einen Gaschromatographen ist erforderlich. Ein typisches Gerät enthält einen Mechanismus zum Halten der zu desorbierenden Rohre beim Heizen und gleichzeitigen Spülen mit Inertgas. Desorptionstemperatur und -zeit sowie Trägergasfluss sind einstellbar. Das Gerät sollte auch zusätzliche Merkmale aufweisen wie automatisches Laden der Probenrohre, Dichtheitsprüfung und eine Kältefalle in der Übergabeleitung zum Konzentrieren der desorbierten Probe (4.7.2). Die desorbierte Probe, die sich im Spülgas befindet, wird über eine geheizte Übergabeleitung in den Gaschromatographen und die Kapillarsäule geleitet.

4.4 Konditionieren des Probenrohres

Vor Gebrauch müssen die Rohre konditioniert werden, indem sie bei einer Temperatur gleich oder gerade über der analytischen Desorptionstemperatur (siehe Anhang D) desorbiert werden. Eine typische Konditionierungszeit beträgt 10 min bei einem Trägergasstrom von mindestens 100 ml/min. Das Trägergas sollte in umgekehrter Richtung wie bei der Probenahme fließen. Die Rohre sollten danach mit den üblichen Analysenparametern analysiert werden, um sicherzustellen, dass der Blindwert der Thermodesorption niedrig genug ist. Wenn der Blindwert nicht akzeptabel ist, sollten die Rohre nach diesem Verfahren noch einmal konditioniert werden. Nach einer Probenanalyse darf das Rohr für eine weitere Probenahme sofort wieder verwendet werden. Es ist jedoch ratsam, den Blindwert der Thermodesorption zu überprüfen, wenn das Rohr vor der Wiederverwendung längere Zeit gelagert wurde oder wenn die Probenahme für einen anderen Analyten erfolgen soll. Außer bei der Probenahme oder Konditionierung sollten die Rohre mit metallenen Schraubkappen mit kombinierter PTFE-Dichtung verschlossen und im luftdichten Behälter gelagert werden.

4.5 Einstellen des Probenahmevervolumenstromes

Der Volumenstrom durch das Probenahmegerät, an das ein repräsentatives Probenrohr angeschlossen ist, wird gegen ein geeignetes externes kalibriertes Messgerät (4.3.4) kalibriert.

Der Volumenstrom wird aus dem Mittelwert von mindestens drei aufeinander folgenden Messungen bestimmt. Die Unsicherheit des gemessenen Volumenstroms muss $\leq 2,5\%$ sein.

Der Ausgang des kalibrierten Volumenstrommessgerätes sollte beim atmosphärischen Druck liegen, um richtige Betriebsweise sicherzustellen.