

DIN EN 14662-2



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

ICS 13.040.20

**Luftbeschaffenheit –
Standardverfahren zur Bestimmung von Benzolkonzentrationen –
Teil 2: Probenahme mit einer Pumpe mit anschließender
Lösemitteldesorption und Gaschromatographie;
Deutsche Fassung EN 14662-2:2005**

Ambient air quality –
Standard method for measurement of benzene concentrations –
Part 2: Pumped sampling followed by solvent desorption and gas chromatography;
German version EN 14662-2:2005

Qualité de l'air ambiant –
Méthode pour le mesurage des concentrations en benzène –
Partie 2: Échantillonnage par pompage suivi d'une désorption au solvant et d'une
chromatographie en phase gazeuse;
Version allemande EN 14662-2:2005

Gesamtumfang 34 Seiten

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

Nationales Vorwort

Dieses Dokument EN 14662-2 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
ISO 6144	siehe DIN ISO 6144

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*

DIN ISO 6144, *Gasanalyse — Herstellung von Prüfgasen — Volumetrisch-statische Verfahren*

Deutsche Fassung

**Luftbeschaffenheit —
Standardverfahren zur Bestimmung von Benzolkonzentrationen —
Teil 2: Probenahme mit einer Pumpe mit anschließender
Lösemitteldesorption und Gaschromatographie**

Ambient air quality —
Standard method for measurement of benzene
concentrations —
Part 2: Pumped sampling followed by solvent desorption
and gas chromatography

Qualité de l'air ambiant —
Méthode pour le mesurage des concentrations
en benzène —
Partie 2: Échantillonnage par pompage suivi d'une
désorption au solvant 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 Einstellen des Probenahmestromes	11
4.5 Probenahme	11
4.6 Verfahren	12
4.7 Berechnen der Massenkonzentration von Benzol	13
4.8 Analysenbericht	14
5 Bestimmung der Verfahrenskenngrößen	14
5.1 Einleitung	14
5.2 Parameter, die zur Messunsicherheit beitragen	14
6 Anwendungshinweise	16
Anhang A (informativ) Bestimmen des Durchbruchsvolumens	17
Anhang B (informativ) Abschätzen der Verfahrensindikatoren und Unsicherheitsbeiträge	19
Anhang C (informativ) Verfahrenskenngrößen	30
Literaturhinweise	32

Vorwort

Dieses Dokument (EN 14662-2:2005) 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 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 Messwerte mit Grenzwerten auf Basis von Jahresmittelwerten zu vergleichen.

Dieser Teil von EN 14662 gibt allgemeine Anleitungen für die Probenahme und Analyse von Benzol in Außenluft durch aktive Probenahme, Lösemitteldesorption und Kapillar-Gaschromatographie.

Dieser Teil von EN 14662 ist anwendbar auf 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 von 1 m^3 Volumen, die typischerweise über eine Zeitspanne von 24 h genommen wurden.

Die obere Grenze des anwendbaren Bereiches wird durch die Sorptionskapazität des Sorbens und den linearen dynamischen Bereich des Gaschromatographen und des Detektors bzw. vom Trennvermögen der verwendeten Analysengeräte angegeben. Die untere Grenze des anwendbaren Bereiches hängt vom Rauschpegel des Detektors und von den Benzolblindwerten und/oder störenden Artefakten auf dem Sorbens und im Desorptionslösemittel ab.

Das hier beschriebene Verfahren beruht auf der Probenahme auf Sorptionsrohren, die typischerweise 100 mg Aktivkohle enthalten, und auf der Desorption mit Kohlenstoffdisulfid.

Andere Sorbenzien als Aktivkohle dürfen verwendet werden, wenn äquivalente Verfahrenskenngrößen nachgewiesen werden können.

Andere Desorptionslösemittel als Kohlenstoffdisulfid dürfen verwendet werden, wenn äquivalente Verfahrenskenngrößen nachgewiesen werden können.

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

ISO 6144, *Gas analysis — Preparation of calibration gas mixtures — Static volumetric method*

ISO 6145 (all Parts), *Gas analysis — Preparation of calibration gas mixtures using dynamic volumetric methods*

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

ein mit einem Zertifikat ausgestattetes Referenzmaterial [3.5], von dem ein oder mehrere Eigenschaften durch ein Verfahren zertifiziert sind, das die Rückführbarkeit auf die Einheit erlaubt, in der die Eigenschaft angege-

ben wird, und bei dem jeder zertifizierte Wert mit einer Unsicherheit mit definiertem Vertrauensbereich angegeben ist

[ISO Guide 30:1992]

3.2

kombinierte Standardunsicherheit

Standardunsicherheit eines Messergebnisses, das aus den Werten einer Reihe anderer Größen erhalten wird; sie ist gleich der positiven Quadratwurzel einer Summe von Termen. Diese sind die Varianzen oder Kovarianzen dieser anderen Größen, die so gewichtet werden, wie sich das Messergebnis bei Änderung dieser Größen verändert

[ENV 13005:1999].

3.3

Desorptionsausbeute

das Verhältnis der von einer Probenahmapparatur desorbierten Analytmasse zur vorgegebenen Masse

[EN 1076:1997].

3.4

erweiterte Messunsicherheit

Größe, die eine Spanne um ein Messergebnis angibt, von der erwartet werden kann, dass sie einen großen Teil der Verteilung der Werte umfasst, die vernünftigerweise der Messgröße zugeordnet werden können

[ENV 13005:1999]

ANMERKUNG 1 Der Teil kann als Überdeckungswahrscheinlichkeit oder Vertrauensbereich der Spanne betrachtet werden.

ANMERKUNG 2 Es erfordert explizite und implizite Annahmen über die Wahrscheinlichkeitsverteilung, die durch das Messergebnis und die kombinierte Standardunsicherheit charakterisiert wird, um einen bestimmten Vertrauensbereich mit der durch die erweiterte Messunsicherheit bezeichneten Spanne zu verknüpfen. Der zu der Spanne gehörende Vertrauensbereich kann nur so weit bekannt sein, wie die Annahmen berechtigt sind.

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

3.5

Referenzmaterial

ein Material oder eine Substanz, bei dem eine oder mehrere Eigenschaften ausreichend homogen und nachgewiesenermaßen für das Kalibrieren eines Gerätes, für die Beurteilung eines Messverfahrens oder für die Zuordnung von Werten zu Materialien geeignet sind

[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 vorgegebenen Masse

3.8

Standardmessunsicherheit

Unsicherheit eines Messergebnisses, ausgedrückt als Standardabweichung

[ENV 13005:1999]

3.9

(Mess)unsicherheit

mit dem Messergebnis verknüpfter Parameter, der die Streuung der Werte kennzeichnet, die vernünftigerweise dem Messobjekt zugeordnet werden können

ANMERKUNG 1 Der Parameter kann zum Beispiel eine Standardabweichung (oder ein Vielfaches davon) oder die halbe Breite eines Intervalls mit vorgegebenem Vertrauensbereich sein.

ANMERKUNG 2 Die Messunsicherheit umfasst im Allgemeinen viele Komponenten. Einige können aus der statistischen Verteilung der Ergebnisse einer Messreihe hergeleitet und durch eine experimentelle Standardabweichung charakterisiert werden. Die anderen Komponenten können auch durch Standardabweichungen charakterisiert werden, die aus angenommenen Wahrscheinlichkeitsverteilungen, die aus der Erfahrung oder anderen Informationen stammen, hergeleitet werden.

ANMERKUNG 3 Es gilt als vereinbart, dass ein Messergebnis der beste Schätzwert eines Wertes des Messobjektes ist und dass alle Beiträge zur Messunsicherheit, einschließlich solcher aus systematischen Effekten, wie Beiträge aus Korrekturen und Referenzstandards, dieser Streuung unterworfen sind

[ENV 13005:1999]

4 Beschreibung des Verfahrens

4.1 Kurzbeschreibung

Ein definiertes Volumen an Probenluft wird durch ein mit Aktivkohle gefülltes Sorptionsrohr gesaugt. Bei Wahl geeigneter Probenahmebedingungen wird das Benzol vom Sorbens zurückgehalten und so aus dem Luftstrom entfernt. Das gesammelte Gas wird mit Kohlenstoffdisulfid desorbiert und in einem Gaschromatographen analysiert, der mit einer Kapillarsäule und einem Flammenionisationsdetektor oder einem anderen geeigneten Detektor ausgerüstet ist. Die Analyse wird mit Kalibrierstandards auf Aktivkohlerohren oder Kalibrierlösungen bekannten Benzolgehaltes in Kohlenstoffdisulfid kalibriert.

4.2 Reagenzien und Materialien

Zur Analyse dürfen nur Reagenzien bekannter Reinheit, geeignet für die Anwendung, 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 und zur Bestimmung der Desorptionsausbeute benötigt. Das verwendete Benzol muss eine nachgewiesene Mindestreinheit von 99,5 % besitzen.

4.2.2 Kohlenstoffdisulfid

Das für die Desorption des Benzols von der Aktivkohle verwendete Kohlenstoffdisulfid darf keine Verbindungen enthalten, die bei der Analyse des gesammelten Benzols stören.

Das verwendete Kohlenstoffdisulfid muss Benzolkonzentrationen unter 0,1 µg/ml aufweisen.

4.2.3 Interner Standard

Ein interner Standard darf zur Korrektur von kleinen Volumenschwankungen des injizierten Kohlenstoffdisulfids verwendet werden. Er darf Benzol nicht stören und nicht von der Aktivkohle aus der Elutionslösung entfernt werden. Der interne Standard muss weniger als 0,1 % Benzol enthalten. Der interne Standard wird dem Kohlenstoffdisulfid vor der Herstellung der Kalibrierlösungen (4.2.8) oder vor der Desorption der Proben (4.6) bzw. der Kalibrierstandards (4.2.5) zugefügt.

In der Praxis verwendete interne Standards sind 2-Fluortoluol (für Flammenionisations- bzw. Photoionisationsdetektor) und Benzol-d6 oder Toluol-d8 (für massenspektrometrische Detektion).

4.2.4 Aktivkohle

Eine Partikelgröße von 0,35 mm bis 0,85 mm wird empfohlen. Vor dem Gebrauch muss die Aktivkohle unter Inertgas, z. B. hoch reinem Stickstoff, 1 h bei ungefähr 600 °C ausgeheizt werden. Um Rekontamination der Aktivkohle zu vermeiden, muss diese beim Abkühlen auf Raumtemperatur, bei der Lagerung und beim Packen in die Rohre unter reiner Atmosphäre gehalten werden. Vom Hersteller vorgepackte Rohre mit vorkonditionierter Aktivkohle sind im Handel erhältlich und benötigen keine weitere Konditionierung.

ANMERKUNG Die Sorptionskapazität und die Desorptionseffizienz verschiedener Chargen von Aktivkohle können sich unterscheiden. Gekaufte Rohre sollten ggf. aus derselben Charge in ausreichender Anzahl gekauft werden, um für eine bestimmte Zeitdauer gleiche Leistungsfähigkeit sicherzustellen.

4.2.5 Kalibrierstandards

Kalibrierstandards können hergestellt werden durch Beladen der benötigten Menge an Benzol aus Prüfgasen (4.2.6) auf Aktivkohlerohre derselben Charge wie die für die Probenahme verwendeten, da diese Vorgehensweise der Probenahme in der Praxis am nächsten kommt.

Die Konzentrationen der aus den Probenahmerohren desorbierten Lösungen dürfen dann direkt mit den Lösungen aus der Desorption der Rohrstandards verglichen werden, d. h. ohne Korrektur für Desorptionsausbeute (4.6.5).

Sollte diese Herstellungsweise der Kalibrierstandards nicht praktikabel sein, können Kalibrierlösungen in Kohlenstoffdisulfid (siehe 4.2.8) hergestellt werden, um die Konzentrationen der desorbierten Lösungen (4.6.2) mit den Kalibrierstandards der gaschromatographischen Analyse zu vergleichen.

In diesem Fall muss die Desorptionsausbeute geeignet korrigiert werden (siehe 4.6.5)

ANMERKUNG Die Verwendung eines internen Standards als Ersatz für die Korrektur der Desorptionsausbeute ist nicht erlaubt. Die Desorptionsausbeute sollte direkt mit Benzol bestimmt werden.

4.2.6 Prüfgase

Prüfgase mit bekannten Benzolkonzentrationen werden nach einem anerkannten Verfahren hergestellt. Geeignet sind die in ISO 6144 und ISO 6145 beschriebenen Verfahren. Wenn das Verfahren nicht unter Bedingungen angewandt wird, die die vollständige Rückverfolgbarkeit der erzeugten Konzentrationen auf Primärnormale von Masse und/oder Volumen erlauben oder wenn die chemische Reaktionsträgheit des Herstellsystems nicht sichergestellt werden kann, müssen die Konzentrationen mit einem unabhängigen Verfahren bestätigt werden.

4.2.7 Standardaktivkohlerohre, mit Prüfgasen beladen

Beladene Aktivkohlerohre werden hergestellt, indem ein genau bekanntes Volumen des Prüfgases z. B. mit einem Massenstromregler oder einer Pumpe durch das Sorptionsrohr geleitet wird. Nach dem Beladen werden die Rohre abgenommen und verschlossen.

BEISPIEL Prüfgase mit Benzolkonzentrationen im Bereich von $5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ bis $50 \mu\text{g}/\text{m}^3$ werden hergestellt. Durch Probenahme von 100 ml bis 1 l dieser Prüfgase werden Aktivkohlestandards mit mindestens fünf verschiedenen Beladungen hergestellt, die einem Bereich von $0,5 \mu\text{g}$ bis $50 \mu\text{g}$ entsprechen.

ANMERKUNG Die angegebenen Beladungsmengen sind nicht bindend und dem Anwendungsbereich nach Abschnitt 1 für eine 1-m^3 -Probe angenähert. Bei speziellen Anwendungen, bei denen andere Volumina verwendet werden und/oder der Konzentrationsbereich von Benzol begrenzt ist, können anderen Beladungsbereiche geeigneter sein.

Je nach ihrer Stabilität werden neue Standards in geeigneten Zeitabständen hergestellt.

Bei Lagerung in reiner Umgebung bei Raumtemperatur sind Standards mit etwa $5 \mu\text{g}$ Benzol mindestens ein Jahr lang stabil [3].

4.2.8 Herstellen von Standardlösungen in Kohlenstoffdisulfid

4.2.8.1 Allgemeines

Eine Reihe von Benzolkalibrierlösungen (mindestens 5) in Kohlenstoffdisulfid im Konzentrationsbereich, der Außenluftkonzentrationen von $0,5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ bis $50 \mu\text{g}/\text{m}^3$ entspricht, wird hergestellt. Hinweise für die Herstellung solcher Lösungen finden sich in [4]. Im Allgemeinen dürfen Verfahren, die auf Gravimetrie und Volumetrie beruhen, zur Herstellung von Kalibrierlösungen unter den nachstehend beschriebenen Bedingungen angewandt werden.

4.2.8.2 Gravimetrisches Verfahren

Wenn eine Verdünnungsreihe von Benzol (4.2.1) in Kohlenstoffdisulfid (4.2.2) durch Wägung hergestellt wird, ist die Rückverfolgbarkeit der endgültigen Kalibrierstandards sichergestellt. Eine geeignete Menge an internem Standard (4.2.3) darf dem Kohlenstoffdisulfid zugefügt werden, um kleine Verdampfungsverluste an Kohlenstoffdisulfid oder Schwankungen des Injektionsvolumens von Kohlenstoffdisulfid bei der Analyse zu korrigieren. Die Benzolkonzentrationen in den Standardlösungen werden dann als Massenanteile angegeben. Durch Einwaage der für die Desorption der Proben, Blindwerte oder Standards zur Bestimmung der Desorptionsausbeute verwendeten Massen an Kohlenstoffdisulfid ergibt die Analyse die Benzolmasse in der Probe, im Blindwert oder im Standard.

BEISPIEL Ungefähr 100 mg Benzol werden auf einer Waage mit einer Auflösung von $\leq 0,1 \text{ mg}$ in einen 10-ml-Messkolben eingewogen. Mit Kohlenstoffdisulfid (4.2.2) wird auf 10 ml aufgefüllt. Der Kolben wird dann verschlossen, gewogen und durch Schütteln gemischt.

Aus dieser Stammlösung dürfen Benzolkalibrierstandards im Bereich von $100 \mu\text{g}/\text{ml}$ bis $1000 \mu\text{g}/\text{ml}$ hergestellt werden, indem $0,1 \text{ ml}$ bis 1 ml der Lösung in 10-ml-Messkolben oder Fläschchen pipettiert werden. Dann werden die Gefäße verschlossen, gewogen und schließlich wird eine bekannte Masse an Kohlenstoffdisulfid, die etwa 10 ml entspricht, zugefügt.

Aus diesen Lösungen werden, wie oben beschrieben, Benzolkalibrierstandards im Bereich von $1 \mu\text{g}/\text{ml}$ bis $50 \mu\text{g}/\text{ml}$ hergestellt. Die Standardlösung mit $50 \mu\text{g}/\text{ml}$ wird zur Herstellung des Kalibrierstandards mit $0,5 \mu\text{g}/\text{ml}$ verwendet.

ANMERKUNG Um sicherzustellen, dass die Unsicherheit der eingewogenen Benzolmasse dem Anwendungsbereich angepasst ist, sollte die Wägeunsicherheit der Apparatur ($k=2$) weniger als $\pm 0,1 \text{ mg}$ betragen.

4.2.8.3 Volumetrisches Verfahren

Alternativ dürfen Kalibrierlösungen durch eine Verdünnungsreihe aus einer Benzolstammlösung in Kohlenstoffdisulfid mit rückverfolgbar kalibrierten Glasgefäßen und Spritzen hergestellt werden. Die Gefäße dürfen durch wiederholtes Einwägen eines entsprechenden Volumens von Wasser unter Berücksichtigung der entsprechenden Dichte zur Berechnung des Volumens kalibriert werden. Eine geeignete Menge an internem Standard (4.2.3) darf dem Kohlenstoffdisulfid zugefügt werden, um kleine Verdampfungsverluste an Kohlenstoffdisulfid oder Schwankungen des Injektionsvolumens von Kohlenstoffdisulfid bei der Analyse zu korrigieren. Bei der Herstellung von Lösungen in Kohlenstoffdisulfid muss die Raumtemperatur auf $\pm 2 \text{ K}$ geregelt sein, damit die Schwankung der Dichte von Kohlenstoffdisulfid begrenzt ist.

Die im obigen Beispiel (4.2.8.1) beschriebenen Verdünnungsschritte dürfen zur Herstellung von Standardkalibrierlösungen im geeigneten Konzentrationsbereich mit kalibrierten Flaschen, Gefäßen, Spritzen und Pipetten angewandt werden.

4.2.9 Stabilität der Kalibriermischungen

Die Kalibrierstammlösungen sind bei Lagerung in dunklen Glasflaschen oder Gefäßen mit geeigneten Kappen bei Raumtemperatur mindestens einen Monat stabil.

Normalerweise sollten die Kalibrierlösungen mit Konzentrationen zwischen 0,5 µg/ml und 50 µg/ml wöchentlich, bei Anzeichen von Zersetzung häufiger, neu hergestellt werden.

4.2.10 Standards für die Desorptionsausbeute

Beladene Sorptionsrohre werden mit Prüfgasen (4.2.6) nach dem Verfahren in 4.2.7 hergestellt.

Wenn die Herstellung von Prüfgasen nicht praktikabel ist, dürfen die Standards durch Aufgabe von Flüssigkeit hergestellt werden. Dabei muss die Genauigkeit der Aufgabetechnik nachgewiesen sein durch Verfahren, die Aufgabemengen ergeben, die auf Primärstandards von Masse und/oder Volumen rückverfolgbar sind oder durch ein unabhängiges Verfahren bestätigt werden.

Die Sorptionsrohre werden beladen, indem Aliquots von Standardlösungen (4.2.8) mit genau bekannter Masse oder bekanntem Volumen 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 das ein inerter Spülgasstrom von 100 ml/min geleitet wird. Dann wird eine bekannte Masse oder ein bekanntes Volumen durch das Septum injiziert und 5 min gespült. Das Rohr wird dann abgenommen und verschlossen.

4.3 Geräte

Die folgenden speziellen Laboratoriumsgeräte sind erforderlich.

4.3.1 Sorptionsrohre

Ein typisches Probenahmerohr besteht aus einem an beiden Enden zugeschmolzenen Glasrohr von 70 mm Länge mit einem Außendurchmesser von 6 mm und einem Innendurchmesser von 4 mm, das zwei Sorptionschichten enthält. Bei Aktivkohle enthält die Sorptionsschicht 100 mg Aktivkohle und die Sicherheitsschicht 50 mg. Die Schichten sind getrennt und die Füllung wird durch ein inertes Material, z. B. durch Glaswollepfropfen (vorzugsweise silanisiert) gehalten.

Zum Schutz vor Bruch müssen sich die Rohre in Haltern befinden.

Die Desorptionseffizienz (D) für jede Rohrcharge muss nach einem der Verfahren in 4.6.5 geprüft werden. Wenn D kleiner ist als 0,9 (90 %), dürfen die Rohre nicht verwendet werden.

ANMERKUNG 1 Statt kommerzieller Zweischichtenrohre dürfen Einschichtenrohre verwendet werden. Diese Anordnung bietet den Vorteil, dass die Rohre nach der Probenahme nicht bei tieferen Temperaturen gelagert zu werden brauchen, um Diffusion der sorbierten Verbindungen von einer Schicht in die andere zu verhindern.

ANMERKUNG 2 Rohre, die diese Anforderungen erfüllen, sind im Handel erhältlich, dürfen aber auch vom Anwender hergestellt werden. Selbst hergestellte Rohre sollten erst verwendet werden, wenn reproduzierbare und konstante Sorptionseigenschaften nachgewiesen sind.

4.3.2 Endkappen

Kappen aus geeignetem Material, die dicht über das Sorptionsrohr (4.3.1) passen, um Undichtigkeiten zu vermeiden.

ANMERKUNG Im Handel erhältliche Rohre sind mit Endkappen aus Polyethen ausgestattet.