

DIN EN 14662-4



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

ICS 13.040.20

**Luftbeschaffenheit –
Standardverfahren zur Bestimmung von Benzolkonzentrationen –
Teil 4: Diffusionsprobenahme mit anschließender Thermodesorption und
Gaschromatographie;
Deutsche Fassung EN 14662-4:2005**

Ambient air quality –
Standard method for measurement of benzene concentrations –
Part 4: Diffusive sampling followed by thermal desorption and gas chromatography;
German version EN 14662-4:2005

Qualité de l'air ambiant –
Méthode pour le mesurage des concentrations en benzène –
Partie 4: Echantillonnage par diffusion suivi d'une désorption thermique et d'une
chromatographie en phase gazeuse;
Version allemande EN 14662-4:2005

Gesamtumfang 34 Seiten

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

Nationales Vorwort

Dieses Dokument EN 14662-4 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 4: Diffusionsprobenahme mit anschließender
Thermodesorption und Gaschromatographie**

Ambient air quality —
Standard method for measurement of benzene
concentrations —
Part 4: Diffusive sampling followed by thermal desorption
and gas chromatography

Qualité de l'air ambiant —
Méthode pour le mesurage des concentrations
en benzène —
Partie 4: Échantillonnage par diffusion 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 Verfahrensbeschreibung	7
4.1 Grundlagen	7
4.2 Reagenzien und Materialien	7
4.3 Geräte	9
4.4 Konditionieren des Probenrohres	11
4.5 Probenahme	11
4.6 Verfahren	12
4.7 Berechnen der Massenkonzentration von Benzol	14
4.8 Analysenbericht	14
5 Bestimmung der Messunsicherheit	15
5.1 Einleitung	15
5.2 Parameter, die zur Messunsicherheit beitragen	15
6 Anwendungshinweise	16
Anhang A (informativ) Aufnahmeraten durch Diffusion für Benzol auf Sorptionsrohre (ohne Membran)	18
Anhang B (informativ) Beschreibung der Sorbenstypen	19
Anhang C (informativ) Hinweise zur Wahl des Sorbens	20
Anhang D (informativ) Hinweise zum Gebrauch der Sorbenzien	21
Anhang E (informativ) Beurteilung der Verfahrensparameter und Unsicherheitsbeiträge	22
Anhang F (informativ) Verfahrenskenngrößen	31
Literaturhinweise	33

Vorwort

Dieses Dokument (EN 14662-4:2005) 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 stimmt mit der allgemeinen Methode überein, die von der Europäischen Union als Grundlage zur Bestimmung von Benzol in Außenluft [1] gewählt wurde, um Messergebnisse mit Grenzwerten auf Basis von Jahresmittelwerten zu vergleichen.

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

Dieser Teil von EN 14662 ist anwendbar auf die Bestimmung von gasförmigem Benzol in einem Massenkonzentrationsbereich von etwa $0,5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ bis $50 \mu\text{g}/\text{m}^3$ in einer Luftprobe, die üblicherweise über vierzehn Tage genommen wurde.

Die obere Grenze des Anwendungsbereiches wird durch die Sorptionskapazität des verwendeten Sorbens und den linearen dynamischen Bereich der gaschromatographischen Säule und des Detektors bzw. vom Trennvermögen der verwendeten Analysengeräte gegeben. Die untere Grenze des anwendbaren Bereiches 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 wie graphitisierten Kohlenstoff. Höhere Gehalte an aromatischen Kohlenwasserstoffen wurden in anderen Sorbenzien gefunden.

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 13005:1999, *Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen*

EN 13528-2:2002, *Außenluftqualität — Passivsammler zur Bestimmung der Konzentrationen von Gasen und Dämpfen; Anforderungen und Prüfverfahren — Teil 2: Spezifische Anforderungen und Prüfverfahren*

EN 13528-3:2002, *Außenluftqualität — Passivsammler zur Bestimmung der Konzentrationen von Gasen und Dämpfen — Teil 3: Anleitung zur Auswahl, Anwendung und Handhabung*

EN ISO 16017-2, *Innenraumluft, Außenluft und Luft am Arbeitsplatz — Probenahme und Analyse flüchtiger organischer Verbindungen durch Sorptionsröhrchen/thermische Desorption/Kapillar-Gaschromatographie — Teil 2: Probenahme mit Passivsammlern (ISO 16017-2:2003)*

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

ISO 5725-2:1994, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method*

ISO 5725-3:1994, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 3: Intermediate measures of the precision of a standard measurement method*

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 [3.7], von dem ein oder mehrere Eigenschaften durch ein Verfahren zertifiziert sind, das die Rückverfolgbarkeit auf die Einheit erlaubt, in der die Eigenschaft angegeben 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**

Verhältnis der von einer Probenahmapparatur desorbierten Analytmasse zur aufgegebenen Masse

[EN 838:1999]

3.4**Diffusionssammler**

Vorrichtung, die in der Lage ist, Proben von Gasen oder Dämpfen aus der Atmosphäre zu nehmen, wobei die Aufnahme rate durch physikalische Prozesse wie Gasphasendiffusion durch eine ruhende Luftschicht oder ein poröses Material oder Permeation durch eine Membran geregelt wird, jedoch nicht durch aktive Bewegung der Luft durch den Sammler

[EN 13528-1]

ANMERKUNG 1 Aktiv bezieht sich üblicherweise auf die durch eine Pumpe hervorgerufene Luftbewegung.

ANMERKUNG 2 Diese Definition unterscheidet sich von der in EN 838:1995 durch die Hinzufügung der Wörter „oder ein poröses Material“.

3.5**Diffusionsaufnahme rate**

Geschwindigkeit, mit der der Diffusionssammler ein spezifische Gas aus der Atmosphäre sammelt, ausgedrückt in Pikogramm je Parts per billion¹⁾ je Minute (pg ppb⁻¹ min⁻¹) oder Kubikzentimeter je Minute (cm³ min⁻¹)

ANMERKUNG 1 pg ppb⁻¹ min⁻¹ ist äquivalent zu ng ppm⁻¹ min⁻¹.

ANMERKUNG 2 Diese Definition unterscheidet sich von der in EN 838:1995 durch den Begriff „Pikogramm je Parts per billion“ statt „Nanogramm je Parts per million“. Die Ausdrücke sind numerisch dieselben, aber Außenluftkonzentrationen liegen üblicherweise im ppb-Bereich.

3.6**erweiterte Messunsicherheit**

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]

1) ppb ist ein Volumenanteil $\phi = 10^{-9}$, ppm ein Volumenanteil $\phi = 10^{-6}$

ANMERKUNG 1 Der Teil darf 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 diese Annahmen berechtigt sind.

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

3.7

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]

3.8

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]

3.9

Standardmessunsicherheit

Unsicherheit eines Messergebnisses, ausgedrückt als Standardabweichung

[ENV 13005:1999]

3.10

(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 Vertrauensniveau 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]

4 Verfahrensbeschreibung

4.1 Grundlagen

Der Diffusionssammler wird für eine bestimmte Zeitdauer der Luft ausgesetzt [EN 16017-2]. Die Probenahmerate wird vorher durch Kalibrieren mit einem Prüfgas (4.2.5) bestimmt. Das gasförmige Benzol diffundiert in das Rohr und wird auf dem Sorbens gesammelt. Das gesammelte Gas (auf jedem Rohr) wird durch Hitze desorbiert und unter Inertgas in einen Gaschromatographen mit Kapillarsäule und Flammenionisationsdetektor oder einem anderen geeigneten Detektor geführt, wo es analysiert wird. Die Analyse wird kalibriert durch Aufgabe von Flüssigkeit oder Gas auf ein Sorptionsrohr oder durch Vergleichsmessungen im Feld.

Angaben über mögliche Sättigung der Sorptionsschicht, den Einfluss der Flüchtigkeit und der Oberflächengeschwindigkeit gibt EN 13528-3. Hier wird auch die Abhängigkeit der Aufnahme rate von der Konzentration der Luftverunreinigungen und die Dauer der Diffusionsprobenahme für nicht-ideale Sorbenzien erklärt, die zu den unterschiedlichen Werten in Anhang A führt. Die Theorie der Leistungsfähigkeit von Diffusionssammlern wird ebenfalls in EN 13528-3 dargestellt.

4.2 Reagenzien und Materialien

Zur Analyse dürfen nur analysenreine Reagenzien verwendet werden.

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

4.2.1 Benzol

Benzol wird als Reagens zum Kalibrieren benötigt, entweder zur Aufgabe als Flüssigkeit (4.2.7) oder gasförmig (4.2.6) auf Sorptionsrohre.

4.2.2 Verdünnungslösemittel

Zum Herstellen von Kalibriermischungen für die Aufgabe von Lösung (4.2.7) wird ein Verdünnungslösemittel benötigt, das chromatographische Reinheit aufweisen sollte. Es darf keine Verbindungen enthalten, die mit Benzol ko-eluierten.

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. 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 analytische Desorptionstemperatur sollte möglichst unter der Temperatur für die Konditionierung gehalten werden. 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 des Sorbens und analytische Desorptionsparameter gibt Anhang D wieder.

4.2.4 Kalibrierstandards

Kalibrierstandards werden vorzugsweise durch Probenahme eines bekannten Volumens an Benzol aus Prüfgasen auf die Sorptionsrohre (4.2.6) hergestellt, da diese Vorgehensweise der Probenahme in der Praxis am nächsten kommt.

Sollte diese Vorgehensweise nicht praktikabel sein, dürfen die Standards durch Beladen mit einer Flüssigkeit (4.2.7, 4.2.8) hergestellt werden, wenn die Genauigkeit der Zugabetechnik entweder

- a) durch Anwendung von Verfahren nachgewiesen wurde, die Zugabemengen ergeben, die vollständig auf Primärnormale 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 wurden.

Um Matrixeffekte zu minimieren, sollten die Kalibrierrohre den Probenahmerohren bezüglich Art des Sorbens, Partikelgröße und Masse weitgehend gleichen.

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 Primärnormale von Masse und/oder Volumen erlauben, müssen die Konzentrationen mit einem unabhängigen Verfahren überprüft 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 für das Sorbens nicht überschreiten. Nach dem Beladen wird das Rohr abgenommen und verschlossen. Für jede Probenahmeserie sind neue Standards herzustellen, deren Benzolgehalte einem Konzentrationsbereich von $0,5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ bis $50 \mu\text{g}/\text{m}^3$ entsprechen. Aufgestockte Kontrollproben, mit der die Übereinstimmung der Detektorsignale bestimmt wird, dürfen ebenfalls verwendet werden.

4.2.7 Herstellen von Standardlösungen für die Aufgabe von Flüssigkeiten, gravimetrisches Verfahren

4.2.7.1 Lösung mit einer Benzolkonzentration von ungefähr 10 mg/ml

Ein 100-ml-Messkolben wird ausgewogen, dann werden ungefähr 75 ml Verdünnungslösemittel zugegeben. Danach wird ungefähr 1 g Benzol in den Kolben eingewogen. Mit Verdünnungslösemittel wird auf 100 ml aufgefüllt. Der Kolben wird dann verschlossen, gewogen und durch Schütteln gemischt.

4.2.7.2 Lösung mit einer Benzolkonzentration von ungefähr 100 $\mu\text{g}/\text{ml}$

Ein 100-ml-Messkolben wird ausgewogen, dann werden ungefähr 75 ml Verdünnungslösemittel zugegeben. Danach wird ungefähr 1 ml Lösung 4.2.7.1 in den Kolben eingewogen. Mit Verdünnungslösemittel wird auf 100 ml aufgefüllt. Der Kolben wird dann verschlossen, gewogen und durch Schütteln gemischt.

4.2.7.3 Lösung mit einer Benzolkonzentration von ungefähr 50 $\mu\text{g}/\text{ml}$

30 ml Verdünnungslösemittel werden in einen ausgewogenen 100-ml-Messkolben gegeben. 50 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 10 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 5 µg/ml

50 ml Verdünnungslösemittel werden in einen ausgewogenen 100-ml-Messkolben gegeben. 5 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.

4.2.7.6 Lösung mit einer Benzolkonzentration von ungefähr 1 µg/ml

50 ml Verdünnungslösemittel werden in einen ausgewogenen 100-ml-Messkolben gegeben. 1 ml der Lösung 4.2.7.2 wird eingewogen. Mit Verdünnungslösemittel wird auf 100 ml aufgefüllt; der Kolben wird verschlossen, gewogen und durch Schütteln gemischt.

4.2.8 Herstellen von Standardlösungen für die Aufgabe von Flüssigkeiten, volumetrisches Verfahren

Kalibrierlösungen dürfen auch unter Verwendung von rückverfolgbar kalibrierten Glasgeräten und Spritzen durch eine Verdünnungsreihe aus einer Benzolstammlösung in einem Verdünnungslösemittel hergestellt werden. Diese Kalibrierung darf durch wiederholtes Einwiegen eines entsprechenden Volumens an Wasser, unter Berücksichtigung der Dichte, durchgeführt werden, um das Volumen der Glasgeräte zu berechnen. Bei Verwendung von volumetrisch hergestellten Lösungen in Kohlenstoffdisulfid muss die Raumtemperatur auf ± 2 K eingestellt werden, um den Einfluss der Dichteschwankung des Verdünnungslösemittels zu begrenzen.

Die in 4.2.7 beschriebenen Verdünnungsschritte dürfen zur Herstellung von Kalibrierlösungen im geeigneten Konzentrationsbereich von Benzol unter Verwendung von kalibrierten Kolben, Gefäßen, Spritzen und Pipetten angewandt werden.

4.2.9 Stabilität der Kalibriermischungen

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

4.2.10 Standardsorptionsrohre, mit Flüssigkeit 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 das 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. Aufgestockte Kontrollproben, mit der die Übereinstimmung der Detektorsignale bestimmt wird, dürfen ebenfalls verwendet werden.

ANMERKUNG 1 Für 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, sind die Bedingungen experimentell zu überprüfen.

ANMERKUNG 2 Ein üblicher Injektor eines Gaschromatographen darf zur Herstellung der Rohrstandards verwendet werden. Er kann eingebaut oder separat angebracht sein. Die Trägergasleitung zum Injektor sollte beibehalten werden. Der Anschluss des Injektors sollte ggf. an das Probenrohr angepasst werden. Dies kann leicht durch eine Druckkupplung mit O-Ringdichtung erreicht werden.

4.3 Geräte

Die nachstehenden speziellen Laboratoriumsgeräte sind erforderlich.