

DIN EN 14662-5



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

ICS 13.040.20

**Luftbeschaffenheit –
Standardverfahren zur Bestimmung von Benzolkonzentrationen –
Teil 5: Diffusionsprobenahme mit anschließender Lösemitteldesorption
und Gaschromatographie;
Deutsche Fassung EN 14662-5:2005**

Ambient air quality –
Standard method for measurement of benzene concentrations –
Part 5: Diffusive sampling followed by solvent desorption and gas chromatography;
German version EN 14662-5:2005

Qualité de l'air ambiant –
Méthode pour le mesurage des concentrations en benzène –
Partie 5: Echantillonnage par diffusion suivie d'une désorption au solvant et d'une
chromatographie en phase gazeuse;
Version allemande EN 14662-5:2005

Gesamtumfang 34 Seiten

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

Nationales Vorwort

Dieses Dokument EN 14662-5 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 5: Diffusionsprobenahme mit anschließender
Lösemitteldesorption und Gaschromatographie**

Ambient air quality —
Standard method for measurement of benzene
concentrations —
Part 5: Diffusive sampling followed by solvent desorption
and gas chromatography

Qualité de l'air ambiant —
Méthode pour le mesurage des concentrations
en benzène —
Partie 5 : Échantillonnage par diffusion 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 Verfahrensbeschreibung	6
4.1 Grundlagen	6
4.2 Reagenzien und Materialien	7
4.3 Geräte	9
4.4 Probenahme	10
4.5 Verfahren	11
4.6 Berechnungen der Benzolmassenkonzentration	12
4.7 Analysenbericht	13
5 Bestimmung der Messunsicherheit	13
5.1 Einleitung	13
5.2 Parameter, die zur Messunsicherheit beitragen	14
6 Anwendungshinweise	15
Anhang A (informativ) Hersteller von Diffusionssammlern für organische Gase auf der Basis von Aktivkohle	16
Anhang B (informativ) Besondere Information für Sammler vom Typ A	17
Anhang C (informativ) Besondere Information für Sammler vom Typ B	19
Anhang D (informativ) Beurteilung der Verfahrensparameter und Unsicherheitsbeiträge	21
Anhang E (informativ) Verfahrenskenngrößen	30
Literaturhinweise	32

Vorwort

Dieses Dokument (EN 14662-5:2005) 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 Hinweise für die Probenahme und Analyse von Benzol in Luft mit Hilfe der Diffusionsprobenahme, Lösemitteldesorption und Kapillar-Gaschromatographie.

Dieser Teil von EN 14662 ist anwendbar auf die Bestimmung von Benzol im Massenkonzentrationsbereich von $0,5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ bis $50 \mu\text{g}/\text{m}^3$ in einer Luftprobe, die üblicherweise über mehrere Tage oder Wochen gesammelt wurde. Eine Vielzahl von Geräten mit unterschiedlichen Anwendungsbereichen, besonders im Hinblick auf die optimale Expositionsdauer, wird für die Probenahme von Benzol empfohlen.

Die obere Grenze des Anwendungsbereiches wird bestimmt durch die Sorptionskapazität der Aktivkohle und je nach der Verdünnung der analysierten Lösung durch den linearen dynamischen Bereich der gaschromatographischen Säule und des Detektors oder durch das Trennvermögen der verwendeten Analysengeräte. Die untere Grenze des Anwendungsbereichs ist vom Rauschpegel des Detektors und den Benzolblindwerten und/oder störenden Artefakten in den Probenahmegeräten oder im Kohlenstoffdisulfid abhängig.

Andere Sorbenzien als Aktivkohle können verwendet werden, wenn nachgewiesen wird, dass die Verfahrenskenngrößen äquivalent sind.

Andere Desorptionslösemittel als Kohlenstoffdisulfid können verwendet werden, wenn nachgewiesen wird, dass die Verfahrenskenngrößen äquivalent sind.

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).

EN 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 13528-3:2003, *Außenluftqualität — Passivsammler zur Bestimmung der Konzentrationen von Gasen und Dämpfen — Teil 3: Anleitung zur Auswahl, Anwendung und Handhabung*

EN ISO/IEC 17025:2000, *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.

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

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 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 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.

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

3.7

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]

3.8

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

Standardunsicherheit

Unsicherheit eines Messergebnisses, ausgedrückt als Standardabweichung

[ENV 13005:1999]

3.10

(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, die auch durch Standardabweichungen charakterisiert werden können, werden aus angenommenen Wahrscheinlichkeitsverteilungen, die aus der Erfahrung oder anderen Informationen stammen, hergeleitet.

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]

Es wird darauf aufmerksam gemacht, dass die Ausdrücke „Außenluft“ und „Grenzwert“ in der Direktive 96/62/EU [1] definiert sind.

4 Verfahrensbeschreibung

4.1 Grundlagen

Ein Diffusionssammler wird für eine bestimmte Zeitdauer der Luft ausgesetzt. Die Probenahmerate wird vorher durch Kalibrieren mit einem Prüfgas (4.5.6) bestimmt. Das gasförmige Benzol diffundiert in das Rohr und wird auf dem Sorbens, normalerweise Aktivkohle, gesammelt. Das gesammelte Gas wird mit einem Lösemitte, üblicherweise Kohlenstoffdisulfid, desorbiert, und die Lösung wird in einem Gaschromatographen mit Flammenionisationsdetektor, Massenspektrometer oder einem anderen selektiven Detektor analysiert. Die Analyse wird kalibriert durch Aufgabe von Gas auf einen Diffusionssammler oder durch Kalibrierlösungen mit bekannten Mengen an Benzol in Kohlenstoffdisulfid.

Angaben über mögliche Sättigung des Sorbens, den Einfluss von Konzentrationsschwankungen und der Geschwindigkeit an der Oberfläche gibt EN 13528-3. Hier wird auch die Abhängigkeit der effektiven Aufnahme-rate von der Konzentration der Luftverunreinigungen und der Dauer der Diffusionsprobenahme für nicht-ideale Sorbenzien erklärt, die zu den unterschiedlichen Werten in den Anhängen B und C führt. Die Theorie der Leistungsfähigkeit von Diffusionssammlern gibt ebenfalls EN 13528-3.

4.2 Reagenzien und Materialien

Für die Analyse dürfen nur Reagenzien bekannter Reinheit, die für die Anwendung geeignet sind, verwendet werden.

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

4.2.1 Benzol

Benzol wird benötigt als Reagens zur Herstellung von Standardlösungen (4.2.7) für die Kalibrierung. Es wird auch zur Bestimmung der Desorptionsausbeute (4.2.9) gebraucht. Das verwendete Benzol muss eine nachgewiesene Reinheit von mindestens 99,5 % besitzen.

4.2.2 Kohlenstoffdisulfid

Das zur Desorption des Benzols von der Aktivkohle verwendete Kohlenstoffdisulfid muss frei von Verbindungen sein, die mit Benzol ko-eluieren.

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. Er wird dem Kohlenstoffdisulfid vor der Herstellung der Kalibrierlösungen (4.2.7.1) oder vor der Desorption der Proben (4.5.2) bzw. der Kalibrierstandards (4.2.5) zugefügt.

In der Praxis verwendete interne Standards sind z. B. 2-Fluortoluol (Flammenionisations-, Photoionisations-detektor) und Benzol-d6 sowie Toluol-d8 (massenspektrometrische Detektion).

Der interne Standard darf auch jeder Probe — nach dem Lösemittel — zugefügt werden, um kleine Schwankungen des Volumens an Kohlenstoffdisulfid aufgrund der Desorptionswärme zu korrigieren.

4.2.4 Aktivkohle

Eine Partikelgröße von 0,35 mm bis 0,85 mm wird empfohlen. Vor dem Packen der Sammler 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.

4.2.5 Kalibrierstandards

Kalibrierstandards werden vorzugsweise durch Exponieren der Diffusionssammler derselben Charge, wie die für die Probenahme verwendeten, für eine geeignete Zeitspanne in einem Benzolprüfgas (4.2.6) hergestellt, da dies den praktischen Bedingungen bei der Probenahme am nächsten kommt.

Die Konzentrationen der aus den Sammlern desorbierten Lösungen dürfen dann direkt mit den Lösungen aus der Desorption der Kalibrierstandards verglichen werden, d. h. ohne nötige Korrektur bezüglich der Desorptionsausbeute (4.5.5), aber unter Berücksichtigung unterschiedlicher Expositionszeiten von Kalibrierstandards und Proben.

Wenn dieses Verfahren zur Herstellung von Kalibrierstandards nicht praktikabel ist, können Kalibrierlösungen in Kohlenstoffdisulfid bereitgestellt werden (4.2.7), um die Konzentrationen der desorbierten Lösungen (4.5.2) mit denen von Kalibrierstandards in der gaschromatographischen Analyse zu vergleichen.

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 Herstellen von Kalibrierlösungen in Kohlenstoffdisulfid

4.2.7.1 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 zur Herstellung derartiger Lösungen können in [12] gefunden werden. Im Allgemeinen dürfen gravimetrische und volumetrische Verfahren zur Herstellung der Kalibrierlösungen unter den nachstehenden Bedingungen angewendet werden.

4.2.7.2 Gravimetrisches Verfahren

Wenn eine Reihe von Verdünnungen von Benzol (4.2.1) in Kohlenstoffdisulfid (4.2.2) gravimetrisch hergestellt wird, ist die Rückführbarkeit der endgültigen Kalibrierstandards sichergestellt. Eine geeignete Masse an internem Standard (4.2.3) darf dem Kohlenstoffdisulfid zugefügt werden, um geringe Verluste durch Verdampfen des Kohlenstoffdisulfids oder Schwankungen des injizierten Volumens von Kohlenstoffdisulfid bei der Analyse zu korrigieren. Die Benzolkonzentrationen in den Standardlösungen werden dann als Massenanteile ausgedrückt. Wenn das zur Desorption der Proben, Blindwerte oder Standards zur Bestimmung der Desorptionsausbeute (4.2.9) verwendete Kohlenstoffdisulfid eingewogen wird, ergibt die Analyse die Benzolmasse in der Probe, im Blindwert oder im Standard.

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

Aus dieser Stammlösung dürfen Kalibrierstandards im Bereich zwischen $100 \mu\text{g}/\text{ml}$ bis $1\,000 \mu\text{g}/\text{ml}$ Benzol hergestellt werden, indem $0,1 \text{ ml}$ bis 1 ml in 10-ml-Messkolben oder Fläschchen pipettiert werden. Dann werden die Gefäße verschlossen und gewogen. Anschließend wird eine bekannte Masse an Kohlenstoffdisulfid zugefügt, die ungefähr 10 ml entspricht.

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

Um eine an die Anwendung angepasste Unsicherheit der endgültigen Massenanteile an Benzol sicherzustellen, muss die Unsicherheit der Geräte für die Wägung ($k = 2$) kleiner sein als $\pm 0,1 \text{ mg}$.

4.2.7.3 Volumetrisches Verfahren

Kalibrierlösungen dürfen auch unter Verwendung von rückverfolgbar kalibrierten Glasgeräten und Spritzen durch eine Verdünnungsreihe aus einer Benzolstammlösung in Kohlenstoffdisulfid hergestellt werden. Diese Kalibrierung darf durch wiederholtes Einwiegen eines entsprechenden Volumens an Wasser, unter Berücksichtigung der entsprechenden Dichte, durchgeführt werden, um das Volumen der Glasgeräte zu berechnen. Eine geeignete Masse an internem Standard (4.2.3) darf dem Kohlenstoffdisulfid zugefügt werden, um geringe Verluste durch Verdampfen des Kohlenstoffdisulfids oder Schwankungen des injizierten Volumens von Kohlenstoffdisulfid bei der Analyse zu korrigieren. Bei Verwendung von volumetrisch hergestellten Lösungen in Kohlenstoffdisulfid muss die Raumtemperatur auf $\pm 2 \text{ K}$ eingestellt werden, um die Wirkung der Dichteschwankung des Kohlenstoffdisulfids zu begrenzen.

Die oben beschriebenen Verdünnungsschritte (4.2.7.2) dürfen benutzt werden, um Benzolkalibrierlösungen im geeigneten Konzentrationsbereich mit kalibrierten Messkolben, Fläschchen, Spritzen und Pipetten herzustellen.

4.2.8 Stabilität der Kalibriermischungen

Die Lagerdauer für Kalibrierlösungen hängt von ihrem Verwendungszweck ab. In den oben genannten Beispielen sind die Kalibrierlösungen 4.2.7.2 oder 4.2.7.3 bei Lagerung in dunklen Glasflaschen mit geeigneten Kappen bei Temperaturen unter 4 °C mindestens ein Jahr stabil.

Üblicherweise sollten die Lösungen 4.2.7.2 oder 4.2.7.3 monatlich, bei Anzeichen von Zersetzung häufiger, neu hergestellt werden.

4.2.9 Standards für die Desorptionsausbeute

Die Standards dürfen durch Zugabe von Lösung hergestellt werden, wenn die Genauigkeit der Zugabetechnik durch Anwenden von Verfahren nachgewiesen wurde, die Zugabemengen ergeben, die auf Normale der Masse und/oder des Volumens rückverfolgbar sind oder die durch ein unabhängiges Verfahren bestätigt wurden.

Dies ist das üblicherweise von den Herstellern empfohlene Verfahren: Den Anleitungen des Herstellers ist zu folgen. Sie hängen stark von der Art des Sammlers ab, einige Beispiele sind in den Anhängen A, B und C aufgeführt. Grundsätzlich werden die Sorptionsrohre beladen, indem Aliquots von Kalibrierlösungen (4.2.7.2 oder 4.2.7.3) mit genau bekannter Masse oder Volumen in drei oder mehr Niveaus auf saubere Sorptionsrohre injiziert werden. Dann werden die Rohre verschlossen und zum Äquilibrieren liegen gelassen.

4.3 Geräte

Die nachstehenden speziellen Laboratoriumsgeräte sind erforderlich.

4.3.1 Diffusionssammler

Eine Reihe Diffusionssammler für die Lösemitteldesorption sind im Handel erhältlich. Informationen über handelsübliche Geräte gibt Anhang A. Leistungsdaten von zwei typischen Sammlerarten stehen in den Anhängen B und C.

Wenn nötig, muss die Desorptionsausbeute (D) für jede Sammlercharge mit einem der Verfahren nach 4.5.5 geprüft werden. Wenn D kleiner als 0,9 (90 %) ist, darf der Sammler nicht verwendet werden.

4.3.2 Spritzen

Eine Präzisions-Flüssigkeitsspritze mit 10 µl Nennvolumen, ablesbar auf 0,1 µl. Das Volumen der zur Verfügung gestellten Flüssigkeit muss gravimetrisch kalibriert werden.

4.3.3 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 Schilde für Diffusionssammler beschrieben.

4.3.4 Halteeinrichtung

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