

Außenluft
Bestimmung der Summe gasförmiger und partikelgebundener
polycyclischer aromatischer Kohlenwasserstoffe
Probenahme auf Filtern mit nachgeschalteten Sorbenzien und anschließender
gaschromatographischer/massenspektrometrischer Analyse (ISO 12884:2000)

DIN
ISO 12884

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

ICS 13.040.20

Ambient air – Determination of total (gas and particle-phase) polycyclic aromatic hydrocarbons – Collection on sorbent-backed filters with gas chromatographic/mass spectrometric analysis (ISO 12884:2000)

Air ambiant – Détermination des hydrocarbures aromatiques polycycliques totales (phase gazeuse et particulaire) – Prélèvement sur filtres à sorption et analyses par chromatographie en phase gazeuse/spectrométrie en masse (ISO 12884:2000)

Die Internationale Norm ISO 12884:2000 „Ambient air – Determination of total (gas and particle-phase) polycyclic aromatic hydrocarbons – Collection on sorbent-backed filters with gas chromatographic/mass spectrometric analysis“ ist unverändert in diese Deutsche Norm übernommen worden.

Nationales Vorwort

Die Internationale Norm ISO 12884 wurde vom Unterkomitee SC 3 „Außenluft“ des Technischen Komitees ISO/TC 146 „Luftbeschaffenheit“ erarbeitet. An der Erstellung dieser Norm war die Arbeitsgruppe „Messen von polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (Immission)“ im Fachbereich IV „Umweltmesstechnik“ der Kommission Reinhaltung der Luft (KRdL) im VDI und DIN beteiligt.

Für die im Inhalt zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 6879 siehe DIN ISO 6879

ISO 9169 siehe DIN ISO 9169

ISO/TR 4227 keine Deutsche Norm

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 6879, *Luftbeschaffenheit – Verfahrenskenngrößen und verwandte Begriffe für Messverfahren zur Messung der Luftbeschaffenheit (ISO 6879:1995).*

DIN ISO 9169, *Luftbeschaffenheit – Bestimmung von Verfahrenskenngrößen von Messverfahren (ISO 9169:1994).*

VDI 3875 Blatt 1, *Messen von Immissionen – Messen von Innenraumluftverunreinigungen – Messen von polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAH) – Gaschromatographische Analyse.*

Fortsetzung Seite 2 bis 25

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

Deutsche Übersetzung

Außenluft
Bestimmung der Summe gasförmiger und partikelgebundener
polycyclischer aromatischer Kohlenwasserstoffe
Probenahme auf Filtern mit nachgeschalteten Sorbenzien und anschließender
gaschromatographischer/massenspektrometrischer Analyse

Inhalt

	Seite
Vorwort	2
Einleitung	3
1 Anwendungsbereich	3
2 Normative Verweisungen	3
3 Begriffe	4
4 Grundlage des Verfahrens	4
5 Einschränkungen und Störungen	4
6 Sicherheitsmaßnahmen	5
7 Geräte	6
8 Reagenzien und Materialien	9
9 Vorbereitung der Materialien für die Probenahme	9
10 Probenahme	10
11 Probenaufbereitung	13
12 Probenanalyse	15
13 Auswertung	17
14 Qualitätssicherung	18
15 Nachweisgrenze, Unsicherheit und Präzision des Verfahrens	19
Anhang A (normativ) Verfahrenskenngrößen	19
Anhang B (informativ) Physikalische Eigenschaften ausgewählter PAH	20
Anhang C (informativ) Beispiel eines Protokollblattes zur Anwendung im Feld	21
Anhang D (informativ) Beispiel für ein typisches PAH-Chromatogramm	22
Anhang E (informativ) Charakteristische Ionen für die GC/MS-Detektion ausgewählter PAH	23
Literaturhinweise	24

Vorwort

Die ISO (Internationale Organisation für Normung) ist die weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedskörperschaften). Die Erarbeitung Internationaler Normen obliegt den Technischen Komitees der ISO. Jede Mitgliedskörperschaft, die sich für ein Thema interessiert, für das ein Technisches Komitee eingesetzt wurde, ist berechtigt, in diesem Komitee mitzuarbeiten. Internationale (staatliche und nichtstaatliche) Organisationen, die mit der ISO in Verbindung stehen, sind an den Arbeiten ebenfalls beteiligt. Die ISO arbeitet bei allen Angelegenheiten der elektrotechnischen Normung eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die von den Technischen Komitees verabschiedeten internationalen Norm-Entwürfe werden den Mitgliedskörperschaften zur Abstimmung vorgelegt. Die Veröffentlichung als Internationale Norm erfordert Zustimmung von mindestens 75 % der abstimmenden Mitgliedskörperschaften.

Die Internationale Norm ISO 12884 wurde von der Arbeitsgruppe 17 „Polycyclische Aromatische Kohlenwasserstoffe“ im Unterkomitee 3 „Außenluft“ des Technischen Komitees ISO/TC 146 „Luftbeschaffenheit“ erarbeitet.

Anhang A dieser Internationalen Norm ist normativ. Die Anhänge B, C, D, und E dieser Internationalen Norm sind informativ.

Einleitung

Diese Internationale Norm lässt sich auf polycyclische aromatische Kohlenwasserstoffe (PAH) anwenden, die aus zwei oder mehreren kondensierten aromatischen Ringen zusammengesetzt sind. Sie ist nicht anwendbar auf Polyphenyle oder andere Verbindungen, bei denen die aromatischen Ringe über Einzelbindungen miteinander verkettet sind. Verschiedene PAH stehen im Verdacht, beim Menschen Krebs auszulösen. PAH werden hauptsächlich durch Verbrennung von fossilen Brennstoffen und Holz an die Atmosphäre abgegeben. Zwei- oder Dreiring-PAH sind in der Stadtluft typischerweise in Konzentrationen von zehn bis zu einigen hundert Nanogramm je Kubikmeter (ng/m^3) vorhanden; solche mit vier und mehr Ringen werden gewöhnlich bei Konzentrationen von einigen ng/m^3 oder darunter gefunden. PAH haben bei 25 °C Sättigungsdampfdrücke im Bereich von 10^{-2} kPa bis weniger als 10^{-13} kPa. Solche mit Dampfdrücken oberhalb 10^{-8} kPa können in Abhängigkeit von der Umgebungstemperatur, der Feuchte, der Art und den Konzentrationen der PAH und der Feststoffpartikel sowie der Verweilzeit in der Atmosphäre grundsätzlich in verschiedenen Aggregatzuständen vorliegen. PAH, insbesondere solche mit Dampfdrücken oberhalb 10^{-8} kPa, haben die Tendenz, während der Probenahme von den Partikelfiltern zu verdampfen. Aus diesem Grund wird dem Filter eine Sorptionskartusche nachgeschaltet, um eine wirksame Probenahme sicherzustellen. Mit Ausnahme der PAH mit Dampfdrücken unter 10^{-9} kPa geben getrennte Analysen des Filters und des Sorbens wegen der Verflüchtigung der Verbindungen vom Filter nicht die ursprüngliche Verteilung der Phasen in der Atmosphäre bei üblichen Umgebungstemperaturen wieder.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt die Probenahme, die Probenreinigung und die analytischen Verfahrensweisen für die Bestimmung von polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAH) in der Außenluft fest. Das in der Norm beschriebene Verfahren dient dazu, die PAH in der Gasphase und in der Partikelphase zu sammeln und sie gemeinsam zu bestimmen. Die Probenahme wird bei großen Volumenströmen (100 l/min bis 250 l/min) durchgeführt, so dass PAH-Konzentrationen von $0,05 \text{ ng}/\text{m}^3$ und darunter bei Probenvolumina bis hinauf zu 350 m^3 nachgewiesen werden können. Die Methode wurde für eine Probenahmedauer bis zu 24 Stunden erprobt.

Unter normalen Bedingungen kann für das Verfahren eine Präzision von $\pm 25 \%$ oder besser und eine Messunsicherheit von $\pm 50 \%$ oder besser erwartet werden (siehe Anhang A, Tabelle A.1).

Diese Internationale Norm beschreibt ein Probenahme- und Analysenverfahren für PAH, bei dem die Luftprobe durch eine Sammelvorrichtung, bestehend aus einem Feinstaubfilter und einem Absorbens, geleitet und anschließend mittels Gaschromatographie/Massenspektrometrie (GC/MS) analysiert wird.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden normativen Dokumente enthalten Festlegungen, die durch Verweisungen in diesem Text Bestandteil dieser Internationalen Norm sind. Bei datierten Verweisungen gelten spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nicht. Anwender dieser Internationalen Norm werden jedoch gebeten, die Möglichkeit zu prüfen, die jeweils neuesten Ausgaben der nachstehend angegebenen normativen Dokumente anzuwenden. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen normativen Dokuments. Mitglieder von ISO und IEC führen Verzeichnisse der gültigen Internationalen Normen.

ISO 6879:1995, *Air Quality – Performance characteristics and related concepts for air quality measuring methods*.

ISO 9169:1994, *Air Quality – Determination of the performance characteristics of measuring methods*.

ISO/TR 4227:1989, *Planning of ambient air quality monitoring*.

3 Begriffe

Für die Anwendung dieser Internationalen Norm gelten die folgenden Begriffe:

3.1

Sammeleffizienz

E_s

Fähigkeit des Sammelsystems, PAH einzufangen und zurückzuhalten

ANMERKUNG Der Term % E_s ist der Prozentsatz des gesuchten Analyten, der vom Sammelmaterial aufgenommen und zurückgehalten wird, wenn eine bekannte Menge des Analyten in die Probenahmeverrichtung für Luftproben eingebracht und diese unter normalen Bedingungen über eine Zeitspanne in Betrieb ist, die gleich oder größer der Zeitspanne ist, welche für die vorgesehene Anwendung benötigt wird.

3.2

dynamische Rückhalteeffizienz

E_r

Fähigkeit des Sammelmaterials, einen bestimmten polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoff, der in einer Aufstocklösung der Sorptionskartusche zugegeben wurde, zurückzuhalten, wenn durch die Probenahmeverrichtung unter normalen Bedingungen Luft gesaugt wird, und zwar über eine Zeitspanne, die gleich oder größer der Zeitspanne ist, welche für die vorgesehene Anwendung benötigt wird

4 Grundlage des Verfahrens

4.1 Probenahme

Die Luftprobe wird der Außenluft direkt entnommen. Dabei wird Luft bei einem maximalen Volumenstrom von 225 l/min (16 m³/h) durch ein Feinstaubfilter sowie eine nachgeschaltete Sorptionskartusche, die Polyurethanschaum (PUF) oder ein Polymerharz aus Styrol und Divinylbenzol (XAD-2) enthält, gesaugt. Je nach Messaufgabe und geforderter Nachweisgrenze kann die Probenahmedauer geändert werden. Das Gesamtvolumen der Probenluft darf 350 m³ nicht überschreiten, sofern dem PUF- oder dem XAD-2-Sorbens nicht vor der Probenahme ein geeigneter deuterierter PAH oder andere geeignete Standards als interne Standards zugegeben wurden, um die Rückhalteeffizienz zu belegen.

4.2 Analyse

Nach der Probenahme eines genau festgelegten Luftvolumens werden das Partikelfilter und die Sorptionskartusche gemeinsam in einem Soxhlet-Extraktor extrahiert. Der Probenextrakt wird mittels eines Konzentrators nach Kuderna-Danish (oder nach einer anderen validierten Methode) eingeeengt und, sofern erforderlich, unter einem Stickstoffstrom weiter eingeeengt. Ein Aliquot wird mit Hilfe der Gaschromatographie/Massenspektrometrie analysiert. Die daraus gewonnenen Ergebnisse stellen für jeden untersuchten PAH dessen Gesamtkonzentration in Luft für die gasförmige und partikelgebundene Phase dar.

5 Einschränkungen und Störungen

5.1 Einschränkungen

Die PAH überspannen einen weiten Bereich von Dampfdrücken (z. B. von $1,1 \times 10^{-2}$ kPa für Naphthalin bis 2×10^{-13} kPa für Coronen bei 25 °C). Die Tabelle B.1 im Anhang B enthält eine Auflistung einiger PAH, die häufig in der Außenluft zu finden sind. Solche mit Dampfdrücken oberhalb 10^{-8} kPa sind in der Außenluft auf die Gas- und die Partikelphase verteilt. Die hier beschriebene Methode ermöglicht die Probenahme beider Phasen. Jedoch können partikelgebundene PAH während der Probenahme durch Desorption oder Verflüchtigung vom Partikelfilter verloren gehen [1] bis [8]. In den Sommermonaten kann, besonders in wärmeren Klimazonen, für PAH mit Dampfdrücken oberhalb 10^{-6} kPa, die Verflüchtigung vom Filter mehr als 90 % betragen [3] bis [8]. Bei Außentemperaturen von 30 °C und darüber wurden 20 % von Benzo[a]pyren und Perylen (Dampfdruck = 7×10^{-10} kPa) im Absorber gefunden [1]. Daher gibt eine gesonderte Analyse des Filters nicht die Konzentration von ursprünglich an Partikel gebundenen PAH wieder, ebenso ergibt eine Analyse des Absorbers kein genaues Messergebnis für den gasförmigen Anteil. Demzufolge macht die hier beschriebene Methode eine gemeinsame Extraktion von Filter und Absorber erforderlich, um zu einem zuverlässigen Messergebnis der Gesamtkonzentrationen von PAH in der Luft zu gelangen.

ANMERKUNG Nach dieser Methode werden alle luftgetragenen Partikel mit Durchmessern bis hinauf zu 40 µm erfasst. Partikelgebundene PAH sind in der Atmosphäre in der Fraktion der kleinen Partikel angereichert. Daher ist zu erwarten, dass die Verwendung eines fraktionierenden Probeneinlasses (zum Beispiel PM₁₀ oder PM_{2,5}), falls erforderlich, nur eine geringe Auswirkung auf die Summenbestimmung der PAH hat.

Diese Methode wurde für die im Anhang B aufgeführten PAH überprüft. Andere PAH können nach dieser Methode ebenfalls bestimmt werden, jedoch muss der Anwender nachweisen, dass die Sammeleffizienz und die Analysenleistung ausreichend sind. Naphthalin und Acenaphthen haben relativ hohe Dampfdrücke und werden mit dieser Methode möglicherweise nicht hinreichend erfasst. Die Sammeleffizienz wurde für Naphthalin bei Verwendung von PUF zu etwa 35 % und bei XAD-2 zu etwa 60 % bestimmt [9]. Der Anwender kann die Sammeleffizienz für die interessierende PAH überprüfen, indem er die dynamische Rückhalteeffizienz des Sorbens ermittelt. Die % E_r liegt im Allgemeinen nahe bei der % E_s .

5.2 Störungen

Verfahrensbedingte Störungen können durch Verunreinigungen in den Lösemitteln, den Reagenzien, an den Glasteilen oder anderen Gerätschaften zur Probenaufbereitung verursacht werden und sich im Auftreten einzelner Artefakte und/oder durch eine Erhöhung der Basislinie der Detektorsignale bemerkbar machen. Glasteile müssen gewissenhaft gereinigt werden (z. B. durch Waschen mit Säure, gefolgt von Ausheizen bis 450 °C in einem Muffelofen und Spülen mit Lösemittel unmittelbar vor dem Gebrauch). Für alle Lösemittel und andere verwendete Materialien müssen im Labor laufend Blindwertbestimmungen durchgeführt werden, um zu dokumentieren, dass diese unter den Bedingungen der Analyse keine Störungen verursachen.

Von der Probenmatrix herrührende Störungen können durch Verunreinigungen hervorgerufen werden, die bei der Extraktion der Probe mit herausgelöst werden. Daher muss notwendigerweise eine zusätzliche Reinigung des Extraktes mittels Säulenchromatographie durchgeführt werden.

Der Umfang der Störungen, die bei der Anwendung gaschromatographischer Techniken auftreten können, wurde bisher nicht hinreichend ermittelt. Obwohl die angegebenen Bedingungen für die GC/MS-Analyse eine Auftrennung der meisten PAH gestatten, können einige PAH-Isomere chromatographisch nicht aufgetrennt und daher mittels MS nicht voneinander unterschieden werden. Störungen, die von anderen Verbindungen als den PAH herrühren, insbesondere von Ölen oder polaren organischen Substanzen, können durch eine Extraktreinigung mittels Säulenchromatographie vor der GC/MS-Analyse vermindert oder ganz vermieden werden. Für das Analysensystem muss laufend der Nachweis erbracht werden, dass es frei ist von verfahrensbedingten Verunreinigungen, etwa infolge verunreinigter Lösemittel, Glasteile oder anderer Reagenzien, die zu Störungen der Methode führen können. Für jede Charge von Reagenzien, die im Gebrauch sind, müssen Laborblindwerte bestimmt werden, um festzustellen, ob die Reagenzien frei von Verunreinigungen sind.

Falls alkylierte PAH vorliegen, können diese mit den zu bestimmenden Analyten koeluiieren, sie sollten jedoch kaum Probleme bereiten. Möglicherweise stellt die Koelution von Methylacenaphthalen mit Fluoren ein Problem dar, jedoch kann die Identität von Fluoren anhand von Sekundär-Ionen abgesichert werden.

Hetero-PAH (zum Beispiel Chinolin) sollten keine Störungen hervorrufen, selbst bei Koelution nicht, wenn die Primär- und Sekundär-Massenionen zur Identifizierung herangezogen werden.

Unter der unmittelbaren Einwirkung von Wärme, Ozon, Stickstoffdioxid (NO₂) und ultravioletter (UV) Licht während der Probenahme, der Probenlagerung sowie der Probenaufbereitung können PAH zersetzt werden. Diese Probleme müssen im Rahmen einer Standard-Arbeitsanweisung (SOP) berücksichtigt werden, die vom Anwender zu erstellen ist. Wenn möglich, müssen im Labor Glühlampen oder UV-gefiltertes Licht (ausgenommen Wellenlängen unter 365 nm) aus Leuchtstofflampen verwendet werden, um eine Zersetzung der PAH durch Lichteinwirkung zu vermeiden.

ANMERKUNG Reaktive Gase, wie Ozon und Stickstoffoxide, sollten bei der Entnahme typischer Außenluftproben diese in ihrer Zusammensetzung nicht wesentlich verändern. Während bei Benzo[a]pyren, das auf Luftfilter (mit und ohne Partikelbeladung) aufgetragen wurde, anscheinend Verluste bis zu 50 % auftreten, wenn Außenluft durch solche Filter gesaugt wird, besonders in Atmosphären mit hohen Ozonkonzentrationen, haben Untersuchungen ergeben, dass Verluste durch Reaktionen bei einer normalen Probenahme oder, wenn die Filter nur in der Höhe der Umgebungsbelastung mit Benzo[a]pyren beaufschlagt wurden, nicht von Bedeutung sind [3], [8], [10] und [11].

Tabakrauchen bei der Probenvorbereitung oder im Analysenlabor oder in angrenzenden Bereichen kann zur Kontamination der Proben mit PAH führen.

6 Sicherheitsmaßnahmen

WARNHINWEIS Benzo[a]pyren und verschiedene andere PAH wurden als kanzerogen eingestuft. Beim Arbeiten mit diesen Substanzen müssen daher Vorsichtsmaßnahmen ergriffen werden.

Die hier beschriebene Methode nimmt nicht für sich in Anspruch, alle Sicherheitsprobleme zu berücksichtigen, die mit ihrer Anwendung verknüpft sind. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieser Methode, vor ihrem Einsatz geeignete Verfahrensweisen zur Sicherheit und zum Gesundheitsschutz heranzuziehen oder festzulegen und zu prüfen, ob die vorgeschriebenen Einschränkungen einzuhalten sind. Der Anwender muss mit den physikalischen und chemischen Eigenschaften der betreffenden Substanzen vollständig vertraut sein.

Alle PAH müssen als kanzerogen angesehen werden. Reine Substanzen müssen in einer Handschuhbox abgewogen werden. Reste von Proben und nicht benutzte Standards werden als giftiger Abfall betrachtet und müssen in geeigneter Weise nach den geltenden Vorschriften entsorgt werden. Arbeitsflächen und Gerätschaften im Labor müssen regelmäßig mit einer Handlampe für langwelliges UV-Licht (356 nm) auf Fluoreszenz, die eine Kontamination anzeigt, geprüft werden.

Einige der in dieser Norm aufgeführten Lösemittel können Gesundheitsrisiken in sich bergen, falls sie eingeatmet oder über die Haut aufgenommen werden. Von besonderer Bedeutung ist Hexan. Wenn dieses Lösemittel verwendet wird, sollte sorgfältig damit umgegangen werden. Alle Arbeitsschritte mit diesem Lösemittel sollten unter dem Abzug ausgeführt werden.

7 Geräte

7.1 Probennahme

7.1.1 Sammeleinheit

Ein typisches Sammelsystem, bestehend aus einem Partikelfilter mit nachgeschalteter Sorptionskartusche, ist als Beispiel in Bild 1 [12] dargestellt. Es besteht aus einem Filterhalter aus Metall (Teil 2) zur Aufnahme eines Rundfilters, Durchmesser 102 mm, für Partikel. Das Filter liegt auf einem Stützsieb aus nichtrostendem Stahl, Stärke 1,2 mm, mit einer durchlässigen Fläche von 50 %. Der Filterhalter ist mit einem Metallzylinder (Teil 1) verbunden, der eine Kartusche aus Borosilikatglas (Außendurchmesser 64 mm, Innendurchmesser 58 mm, Länge 125 mm) mit dem Sorbens aufnehmen kann. Der Filterhalter ist mit inertem Dichtungsringen (z. B. Polytetrafluorethylen, PTFE) zu beiden Seiten des Filters ausgestattet. In gleicher Weise werden an beiden Enden der Sorptionskartusche inerte, weiche Dichtungsringe (z. B. Silikongummi) eingesetzt, um einen luftdichten Abschluss zu erreichen. Die Sorptionskartusche aus Glas ist 20 mm vom unteren Ende eingekerbt, um ein 1,2 mm starkes Sieb aus nichtrostendem Stahl zum Stützen des Sorbens zu befestigen. Die Sorptionskartusche aus Glas passt in das Teil 1, das an das Teil 2 angeschraubt wird, bis die Sorptionskartusche zwischen den Ringen gedichtet ist. Die Sammeleinheit wird in [12] beschrieben. Ähnliche Sammelvorrichtungen sind kommerziell erhältlich.

7.1.2 High-Volume Pumpsystem

Jedes Pumpsystem für Luftproben, das einen konstanten Volumenstrom bis zu 250 l/min (15 m³/h) durch die Sammeleinheit fördern kann, kann verwendet werden. Es muss mit einem geeigneten Flussregler, einem Manometer zur Messung des Druckabfalls über die Sammeleinheit oder einer anderen geeigneten Vorrichtung zur Kontrolle des Volumenstromes sowie einer Zeitschaltuhr und einem Abluftschlauch, der die Abluft mindestens 3 m von der Probenahmeverrichtung entfernt ableitet, ausgestattet sein. Der Einlass der Probenahmeverrichtung kann nach oben oder nach unten weisen. Wenn er nach oben zeigt, muss er mit einer Schutzabdeckung gegen Regen oder Staub ausgestattet sein.

ANMERKUNG Die Wahl des Einlasses liegt in der Entscheidung des Anwenders. Partikelgebundene PAH sind grundsätzlich auf kleinen Partikeln angereichert; deshalb hat der Trenndurchmesser der Partikel im Probeneinlass, wenn überhaupt, nur eine geringe Auswirkung auf die vollständige Erfassung der PAH.

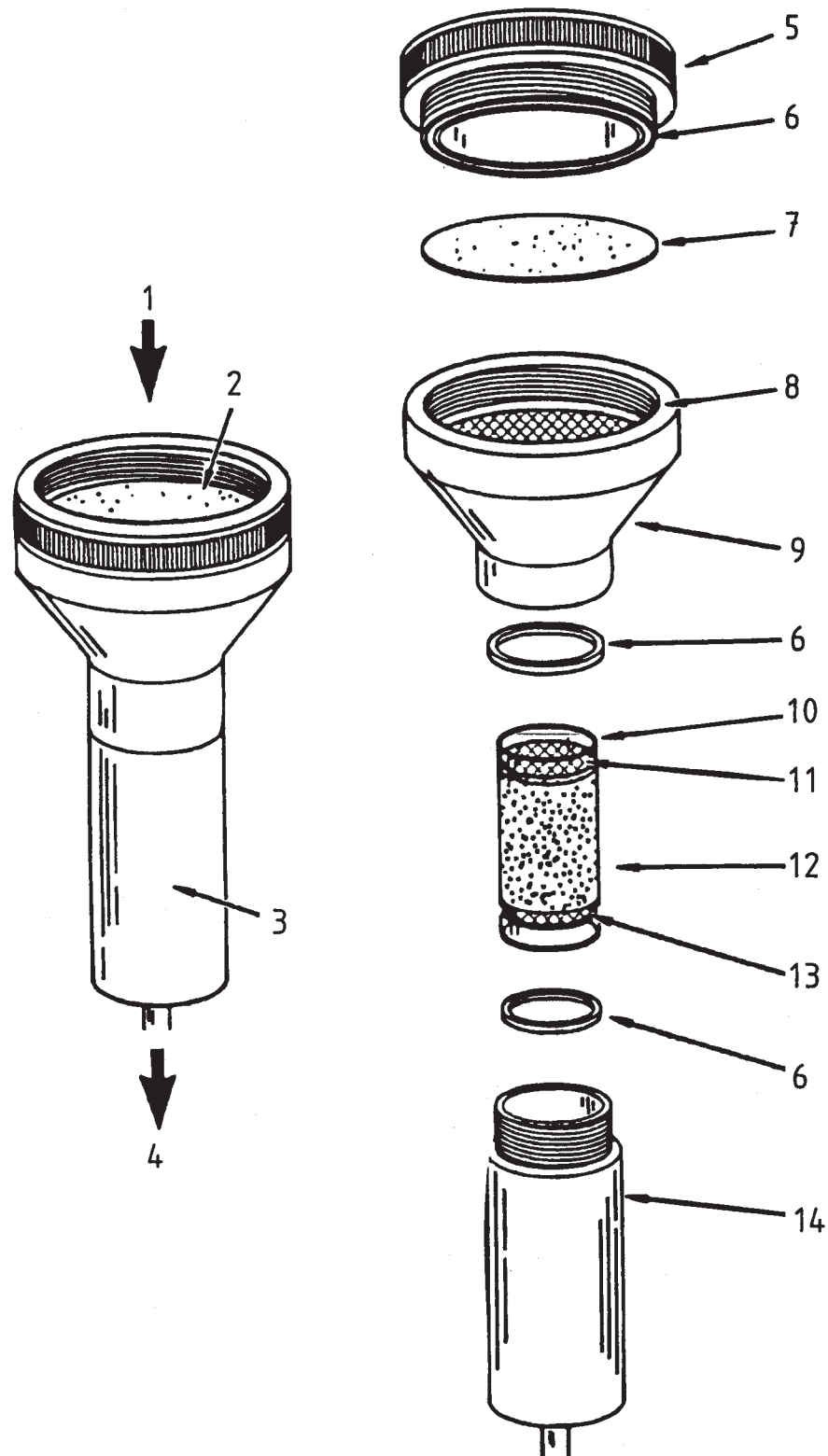
7.1.3 Kalibriergerät für den Volumenstrom

Ein kalibriertes Manometer oder eine andere geeignete Messvorrichtung für den Volumenstrom, das/die am Einlass der Sammeleinheit angebracht werden kann.

7.1.4 Partikelfilter

Bindemittelfreie und mit Säure gewaschene Mikro-Quarzfaserfilter, Durchmesser 102 mm, mit einem Abscheidegrad von 99,99 % Massenanteil oder besser für Partikel mit Durchmessern kleiner 0,5 µm, oder Filter mit anderen Abmessungen, passend für die jeweils eingesetzte Sammeleinheit.

ANMERKUNG Glas- oder Quarzfaserfilter, beschichtet oder imprägniert mit PTFE, wurden für die Sammlung von partikelgebundenen PAH verwendet [13]. Die Verwendung derartiger Filter an Stelle der hier spezifizierten Filter erfordert eine Bestätigung der Eignung durch den Anwender.



Legende

- | | | |
|---------------------------|---|-----------------------------|
| 1 Lufteinlass | 6 Dichtring | 11 Glaspatrone |
| 2 Partikelfilter | 7 102-mm-Quarzfaserfilter | 12 Sorbens (XAD-2 oder PUF) |
| 3 montierte Sammeleinheit | 8 Filterträger | 13 Rückhaltesieb |
| 4 Luftauslass | 9 Filterhalter (Teil 2) | 14 Patronenhalter (Teil 1) |
| 5 Haltering für Filter | 10 Rückhaltesieb (bei Gebrauch von XAD-2) | |

Bild 1 – Beispiel einer Sammeleinheit

7.1.5 Polyurethanschäum, Polyurethanschäum mit der Dichte 22 mg/cm³, zylindrisch geformt, Länge 76 mm, Durchmesser 62 mm oder andere Abmessungen, passend für die jeweils eingesetzte Sammeleinheit.

7.1.6 Absorberharz, Styrol/Divinylbenzol – Polymerharz (XAD-2), kugelförmig, 500 µm Korngröße, gereinigt.

ANMERKUNG Für die in 7.1.1 bis 7.1.6 beschriebene Sammeleinheit wurde nachgewiesen, dass PAH mit drei oder mehr Ringen bei einem Volumenstrom von 225 l/min und Probenvolumina von 350 m³ und darunter wirksam erfasst werden [4], [6], [9], [14] bis [20]. Andere Sammelsysteme mit größeren Filtern (z. B. 200 mm × 250 mm) und mit Sorptionskartuschen höherer Kapazität (z. B. zwei hintereinander angeordnete PUF-Pfropfen mit den Abmessungen 77 mm × 62 mm) wurden eingesetzt, um PAH aus größeren Luftvolumina (z. B. 700 m³) abzuscheiden [1], [2], [5], [7], [21] bis [28].

7.1.7 Handschuhe, Polyester oder Latex, zur Handhabung der Kartuschen und Filter.

7.1.8 Probenbehälter, gekennzeichnete, luftdichte Behälter mit Schraubverschluss (große Öffnung, vorzugsweise Glasampullen mit PTFE-kaschiertem Deckel) zur Aufnahme der Filter und der Sorptionskartuschen während des Transportes in das Analysenlabor.

7.1.9 Kühlbox, zum Aufbewahren der gesammelten Proben bei 0 °C oder darunter während des Transportes zum Labor.

7.1.10 Protokollblätter, für jede Probe, zur Aufzeichnung des Ortes und des Zeitpunktes der Probennahme, der Probenahmedauer, der Startzeit und des gesammelten Luftvolumens.

7.2 Probenvorbereitung

7.2.1 Soxhlet-Extraktionseinheit, 200 ml, mit einem 500-ml-Kolben und einem geeigneten Rückflusskühler. Falls nicht entleerte Sorptionskartuschen aus Glas extrahiert werden sollen, werden ein 500-ml-Soxhlet und ein 1 000-ml-Kolben benötigt.

7.2.2 Kuderna-Danish (KD)-Konzentrator, 500 ml, 10 ml graduierte Einengungsröhrchen mit Glasschliffstopfen und Makro-Snyder-Rückflusssäule mit 3 Kugeln.

7.2.3 Verdampferkonzentrator, mit Mikro-Verdampferöhrchen, 1 ml, Mikro-Snyder-Säulen (wahlweise), Wasserbad auf ± 5 °C geregelt, Stickstoff-Abblasvorrichtung mit Flussregler.

7.2.4 Reinigungssäulen, Chromatographie-Säulen, z. B. 60 mm Länge, 11,5 mm Innendurchmesser.

7.2.5 Vakuumofen, Trockenschrank, der über Nacht ein Vakuum von 30 kPa bis 35 kPa halten und mit Stickstoff geflutet werden kann.

7.2.6 Laborkühlschrank/-tiefkühlschrank, zur Kühlung von 4 °C bis –20 °C.

7.2.7 Handschuhkasten (Glovebox) oder Hochleistungsabzug, zur Handhabung der hochtoxischen Standardverbindungen, mit einer UV-gefilterten Beleuchtung ausgerüstet.

7.2.8 Glasfläschchen, Nennvolumen 40 ml, Borosilikatglas.

7.2.9 Mikro-Probenfläschchen, Nennvolumen 2 ml, mit konischem Vorratsbehälter und Schraubkappen für PTFE-kaschierte Silikongummi-Septen sowie einem Fläschchenhalter.

7.2.10 Erlenmeyerkolben, Nennvolumen 50 ml, Borosilikatglas.

7.2.11 Siedeperlen, mit Lösemittel extrahiert, aus Siliziumcarbid oder gleichwertigem Material, Korngröße 0,3 mm bis 0,9 mm.

7.2.12 Spatel, PTFE-beschichtet oder aus nichtrostendem Stahl.

7.2.13 Pinzette und Zange, PTFE-beschichtet oder aus nichtrostendem Stahl.

7.3 Probenanalyse

7.3.1 Gaschromatograph/Massenspektrometer

Vollständiges Analysensystem, bestehend aus Gaschromatograph, gekoppelt mit einem Massenspektrometer und einer Datenstation, geeignet für eine splitlose Probenaufgabe, ausgestattet mit allem erforderlichen Zubehör, einschließlich Temperaturprogrammsteuerung, Säulenversorgung, Aufzeichnungsgeräte, Gasversorgung und Dosierspritzen.

7.3.2 GC-Säulen, Quarzkapillaren, Längen von 30 m bis 50 m, Innendurchmesser 0,25 mm, beschichtet mit vernetztem 5 %-igem Phenyl-Methylsilikon, Filmstärke 0,25 µm, oder andere geeignete Säulen.