

	Innenraumluftverunreinigungen Teil 3: Messen von Formaldehyd und anderen Carbonylverbindungen Probenahme mit einer Pumpe (ISO 16000-3:2001)	DIN ISO 16000-3
--	---	----------------------------------

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

ICS 13.040.20

Indoor air – Part 3: Determination of formaldehyde and other carbonyl compounds – Active sampling method (ISO 16000-3:2001)

Air intérieur – Partie 3: Dosage du formaldéhyde et d'autres composés carbonylés – Méthode par échantillonnage actif (ISO 16000-3:2001)

Die Internationale Norm ISO 16000-3, Ausgabe 2001-09-01, „Indoor air – Part 3: Determination of formaldehyde and other carbonyl compounds – Active sampling method“, ist unverändert in diese Deutsche Norm übernommen worden.

Nationales Vorwort

Die Internationale Norm ISO 16000-3 wurde vom Unterkomitee SC 6 „Innenraumluft“ in der Arbeitsgruppe 2 „Messen von Formaldehyd in der Innenraumluft“ des Technischen Komitees ISO/TC 146 „Luftbeschaffenheit“ erarbeitet. An der Erstellung dieser Norm war der Fachbereich IV Umweltmesstechnik der Kommission Reinhaltung der Luft (KRdL) im VDI und DIN – Normenausschuss – beteiligt.

Allgemeine und stoffspezifische Aspekte für die Messplanung von Innenraumluftverunreinigungen, die vor oder während der Messung beachtet werden sollten, sowie Messverfahren für einzelne Stoffe bzw. Stoffgruppen für den Innenraumluftbereich sind in den einzelnen Teilen der Internationalen Norm ISO 16000 beschrieben.

Die messplanerischen Aspekte von Innenraumluftmessungen für einzelne Stoffe bzw. Stoffgruppen sind ebenfalls in einzelnen Blättern der Richtlinie VDI 4300 (siehe auch Abschnitt „Nationaler Anhang“) behandelt. Zum Teil dienten sie als Basisdokumente für die Erstellung einzelner Teile der Internationalen Norm ISO 16000 (z. B. ISO 16000-1 und ISO 16000-2). Die rein messtechnischen Aspekte (Probenahme und Analysetechnik) der Bestimmung der jeweiligen Stoffe bzw. Stoffgruppen in der Innenraumluft werden in der Richtlinie VDI 4301 dargestellt. Messverfahren, die sowohl im Innenraumluft- als auch im Immissionsbereich eingesetzt werden können, sind in weiteren VDI-Richtlinien beschrieben.

Fortsetzung Seite 2 bis 30

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

Für die im Abschnitt 2 zitierten Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 9000-1	siehe DIN ISO 9000-1
ISO 9000-2	siehe DIN ISO 9000-2
ISO 16000-1	siehe DIN ISO 16000-1
ISO 16000-2	siehe DIN ISO 16000-2
ISO 16000-4	siehe DIN ISO 16000-4
ISO 17025	siehe DIN ISO 17025
EN 45001	siehe DIN EN 45001

ISO 17025 und EN 45001 sind durch EN ISO/IEC 17025 (1999; General requirements for the competence of testing and calibration laboratories; siehe DIN EN ISO/IEC 17025:2000-04 Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien) ersetzt worden.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Zusätzliche Literaturhinweise

VDI 4300 Blatt 1:1995-12, *Messen von Innenraumluchtverunreinigungen – Allgemeine Aspekte der Messstrategie*.

VDI 4300 Blatt 3:1997-12, *Messen von Innenraumluchtverunreinigungen – Messstrategie für Formaldehyd*.

VDI 3484 Blatt 1:2001-11, *Messen von gasförmigen Immissionen – Messen von Innenraumluchtverunreinigungen – Messen von Prüfgasen – Bestimmung der Formaldehydkonzentration nach dem Sulfit-Pararosanilin-Verfahren*.

VDI 3484 Blatt 2:2001-11, *Messen von gasförmigen Immissionen – Messen von Innenraumluchtverunreinigungen – Bestimmung der Formaldehydkonzentration nach der Acetylaceton-Methode*.

Deutsche Übersetzung

Innenraumluftverunreinigungen

Teil 3: Messen von Formaldehyd und anderen Carbonylverbindungen
 Probenahme mit einer Pumpe
 (ISO 16000-3:2001)

Inhalt

	Seite
Vorwort	4
Einleitung	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Prinzip	6
4 Beschränkungen und Interferenzen	6
4.1 Allgemeines	6
4.2 Ozon-Interferenz	7
5 Sicherheitsvorkehrungen	8
6 Geräte	8
6.1 Probenahme	8
6.2 Probenaufbereitung	9
6.3 Probenanalyse	9
7 Reagenzien	11
8 Herstellung der Reagenzien und Kartuschen	11
8.1 Reinigung des 2,4-Dinitrophenylhydrazins	11
8.2 Herstellung von DNPH-Formaldehyd-Derivat	12
8.3 Herstellung von DNPH-Formaldehyd-Standards	13
8.4 Herstellung von DNPH-beschichteten Kieselgel-Kartuschen	13
9 Verfahren	14
9.1 Sammeln der Probe	14
9.2 Verfahrensblindwert	16
9.3 Probenanalyse	16
10 Ergebnisberechnungen	22
11 Verfahrenskriterien und Qualitätssicherung	25
11.1 Allgemeines	25
11.2 Standard-Arbeits-Anweisungen (SAAs)	25
11.3 Leistungsverhalten des HPLC-Systems	25
11.4 Probeverluste	26
12 Präzision und Unsicherheit	26
Anhang A (informativ) Präzision und Unsicherheit	27
Anhang B (informativ) Schmelzpunkte von Derivaten der Carbonylverbindungen	29
Literaturhinweise	30

Vorwort

Die ISO (Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitglieds Körperschaften). Die Erarbeitung Internationaler Normen obliegt den Technischen Komitees der ISO. Jede Mitglieds Körperschaft, 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.

Internationale Normen werden nach den Regeln der ISO/IEC-Direktiven Teil 3 gestaltet.

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

Es wird darauf hingewiesen, dass Bestandteile dieses Teils der ISO 16000 patentrechtlich geschützt sein können. ISO darf nicht für die Kennzeichnung einiger oder all dieser Patentrechte verantwortlich gemacht werden.

Die internationale Entwurf ISO 16000-3 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 146 „Luftbeschaffenheit“, Unterkomitee SC 6 „Innenraumluft“ erarbeitet.

ISO 16000 besteht aus den folgenden Teilen mit dem allgemeinen Titel „Innenraumluftverunreinigungen“

- Teil 1: *Allgemeine Aspekte der Messstrategie*
- Teil 2: *Messstrategie für Formaldehyd*
- Teil 3: *Messen von Formaldehyd und anderen Carbonylverbindungen – Probenahme mit einer Pumpe*
- Teil 4: *Messen von Formaldehyd – Probenahme mit Passivsammlern*
- Teil 6: *Bestimmung von VOC in der Innenraumluft und in Prüfkammern, Probenahme auf TENAX TA, thermische Desorption und Gaschromatographie/MSD bzw. FID*
- Teil 7: *Messstrategie zur Bestimmung der luftgetragenen Asbest-/Mineralfaser-Konzentration*

Anhänge A und B sind lediglich informativer Bestandteil dieses Teils der ISO 16000.

Einleitung

Dieser Teil der ISO 16000 ist zur Charakterisierung der Innenraumluft gedacht, wobei die einzusetzende Probenahmestrategie in ISO 16000-2 beschrieben ist. Sie ist anwendbar für Formaldehyd und andere Carbonylverbindungen und wurde für 14 Aldehyde und Ketone getestet. Formaldehyd ist die einfachste Carbonylverbindung mit einem Kohlenstoff-, einem Sauerstoff- und zwei Wasserstoffatomen. In der monomolekularen Form ist er ein farbloses, stechend riechendes, reaktives Gas. Er wurde in der Produktion von Harnstoff-Formaldehyd-Harzklebern und Isolierschäumen eingesetzt. Emissionen aus Spanplatten und Wandisolierungen sind die Hauptquellen für Formaldehyd in der Innenraumluft.

Formaldehyd wird gesammelt, indem Luft durch ein reaktives Medium geführt wird, das die Verbindung in ein Derivat mit geringerem Dampfdruck überführt. Die Derivate lassen sich sehr gut qualitativ und quantitativ analysieren. In diesem Teil der ISO 16000 werden Formaldehyd und andere Carbonylverbindungen durch Reaktion mit 2,4-Dinitrophenylhydrazin, das auf einem Sorbens aufgetragen ist, bestimmt. Die Verbindungen reagieren zu den entsprechenden Hydrazonen, die mit hoher Sensitivität, Präzision und Genauigkeit wiedergefunden und gemessen werden können. Andere Carbonylverbindungen, die aus Lösungsmitteln, Klebstoffen, Kosmetika und anderen Quellen in die Luft emittiert werden können, können ebenfalls mit diesem Teil der ISO 16000 bestimmt werden.

Die Probenahmemethode basiert auf der U.S. EPA-Methode TO-11A [1].

Formaldehyd und bestimmte andere Carbonylverbindungen haben ein hohes toxisches Potential [2].

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil der ISO 16000 beschreibt ein Verfahren zur Bestimmung von Formaldehyd (HCHO)¹⁾ und anderen Carbonylverbindungen¹⁾ (Aldehyde und Ketone) in Luft. Die Methode ist für Formaldehyd spezifisch, aber mit Modifikationen können mindestens 13 andere Carbonylverbindungen detektiert und quantifiziert werden. Sie ist geeignet zur Bestimmung von Formaldehyd und anderen Carbonylverbindungen im Konzentrationsbereich von ungefähr 1 µg/m³ bis 1 mg/m³. Mit der Probenahmemethode wird ein zeitlich gewichteter Mittelwert (TWA) bestimmt. Sie kann für die Langzeit- (1 h bis 24 h) oder die Kurzzeitprobenahme von Luft für die Formaldehydbestimmung eingesetzt werden.

Dieser Teil der ISO 16000 beschreibt ein Probenahme- und Analysenverfahren für Formaldehyd und andere Carbonylverbindungen in Luft mit Kartuschen, die ein mit 2,4-Dinitrophenylhydrazin (DNPH) beschichtetes Sorbens enthalten. Die nachfolgende Analyse erfolgt mit Hochleistungsflüssigkeitschromatographie (HPLC) und UV-Absorption [1, 3].

Die beschriebenen Verfahren sind speziell für die Probenahme und Analyse von Formaldehyd in Luft unter Verwendung einer Adsorptionskartusche und HPLC dargestellt. Die Methode erlaubt ebenfalls die Bestimmung von anderen aus der Luft gesammelten Aldehyden und Ketonen.

Dieser Teil der ISO 16000 ist für die folgenden Carbonylverbindungen anwendbar:

Formaldehyd	Acetaldehyd	Aceton
Benzaldehyd	Butyraldehyd	Valeraldehyd
2,5-Dimethylbenzaldehyd		Crotonaldehyd
Isovaleraldehyd	Propionaldehyd	Hexanal
o-Tolualdehyd	p-Tolualdehyd	m-Tolualdehyd

2 Normative Verweisungen

Die folgenden normativen Dokumente enthalten Festlegungen, die durch Verweisung in diesem Text Bestandteil dieses Teils der ISO 16000 sind. Bei datierten Verweisungen sind nachfolgende Änderungen oder Überarbeitungen dieser Veröffentlichungen nicht anzuwenden. Vertragspartner, deren Vereinbarungen auf diesem Teil der ISO 16000 basieren, werden jedoch gebeten, die Möglichkeit zu prüfen, ob die jeweils neuesten Ausgaben der unten genannten normativen Dokumente angewendet werden können. Bei undatierten Verweisungen ist die letzte Ausgabe des normativen Dokumentes, auf das Bezug genommen wurde, anzuwenden. Die Mitglieder von ISO und IEC führen Verzeichnisse der gegenwärtig gültigen Internationalen Normen.

ISO 9000-1:1994, *Quality management and quality assurance standards – Part 1: Guidelines for selection and use*.

ISO 9000-2:1997, *Quality management and quality assurance standards – Part 2: Generic guidelines for the application of ISO 9001, ISO 9002 and ISO 9003*.

ISO/CD 16000-1, *Indoor air – Part 1: General aspects of sampling strategy*.

ISO/CD 16000-2, *Indoor air – Part 2: Sampling strategy for formaldehyde*.

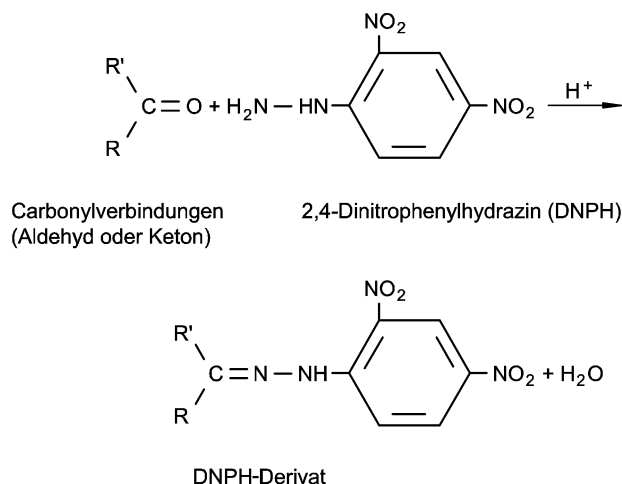
ISO/DIS 16000-4, *Indoor air – Part 4: Determination of formaldehyde – Diffusive sampling method*.

ISO/IEC 17025:1999, *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories*.

EN 45001:1989, *General requirements for the operation of testing laboratories*.

¹⁾ An Stelle der Nomenklatur nach IUPAC werden in dieser Internationalen Norm die gebräuchlicheren Trivialnamen verwendet:

Formaldehyd: Methanal
 Acetaldehyd: Ethanal
 Aceton: 2-Propanon
 Butyraldehyd: Butanal
 Crotonaldehyd: 2-Butanal
 Isovaleraldehyd: 3-Methylbutanal
 Propionaldehyd: Propanal
 m-Tolualdehyd: 3-Methylbenzaldehyd
 o-Tolualdehyd: 2-Methylbenzaldehyd
 p-Tolualdehyd: 4-Methylbenzaldehyd
 Valeraldehyd: Pentanal



Legende

R = Alkyl- oder aromatische Gruppe für Ketone oder H für Aldehyde

R' = Alkyl- oder aromatische Gruppe für Ketone

Bild 1 – Reaktion der Carbonylverbindungen

3 Prinzip

Bei diesem Teil der ISO 16000 wird Luft durch Kartuschen gesaugt, die Kieselgel enthalten, das mit 2,4-Dinitrophenylhydrazin als Reagenz beschichtet ist. Das Prinzip der Methode basiert auf der spezifischen Reaktion von Carbonylverbindungen mit DNPH im sauren Medium. Gemäß der Reaktion in Bild 1 bilden sich dabei stabile Derivate. Mit Hilfe der Hochleistungsflüssigkeitschromatographie (HPLC) mit UV-Detektion oder Diodenarraydetektor werden die DNPH-Derivate auf die zugehörigen Aldehyde und Ketone untersucht. Der Nachweis ist auf andere Carbonylverbindungen, die, wie in 9.3.5 skizziert, bestimmt werden können, ausgeweitet worden.

Dieser Teil der ISO 16000 weist den Anwender an, wie Probenahmekartuschen durch das Einbringen von angesäuerten DNPH in jede Kartusche aus kommerziellen Kieselgel-Kartuschen (Chromatographie-Qualität) herzustellen sind. Alternativ sind vorbeschichtete DNPH-Kieselgel-Kartuschen erhältlich. Diese werden empfohlen, da sie generell gleichmäßiger in der Herstellung sind und geringere Blindwertkonzentrationen haben. Bei Verwendung kommerzieller Kartuschen muss jedoch nachgewiesen werden, dass diese die Verfahrenskriterien dieses Teils der ISO 16000 erfüllen. Ein weiterer Vorteil der kommerziellen Kartuschen ist, dass diese mit Kieselgel größerer Partikelgröße, aus der ein geringerer Druckabfall über die Kartusche resultiert, erhältlich sind. Diese Kartuschen mit geringem Druckabfall können für die Luft-Probenahme mit Batterien betriebenen, personengetragenen Probenahmepumpen besser geeignet sein.

4 Beschränkungen und Interferenzen

4.1 Allgemeines

Die in diesem Teil der ISO 16000 beschriebene Probenahmeflussrate wurde für Probenahmeraten bis 1,5 l/min validiert. Diese Flussratenbegrenzung ergibt sich prinzipiell aus dem hohen Druckabfall (> 8 kPa bei 1,0 l/min) über die vom Anwender hergestellten Kieselgel-Kartuschen mit Partikelgrößen von 55 µm bis 105 µm. Diese Kartuschen sind nicht generell kompatibel mit den mit Batterien betriebenen Pumpen, die bei der Ausrüstung zur personenbezogenen Probenahme verwendet werden (z. B. solche, die von Industriehygienikern eingesetzt werden).

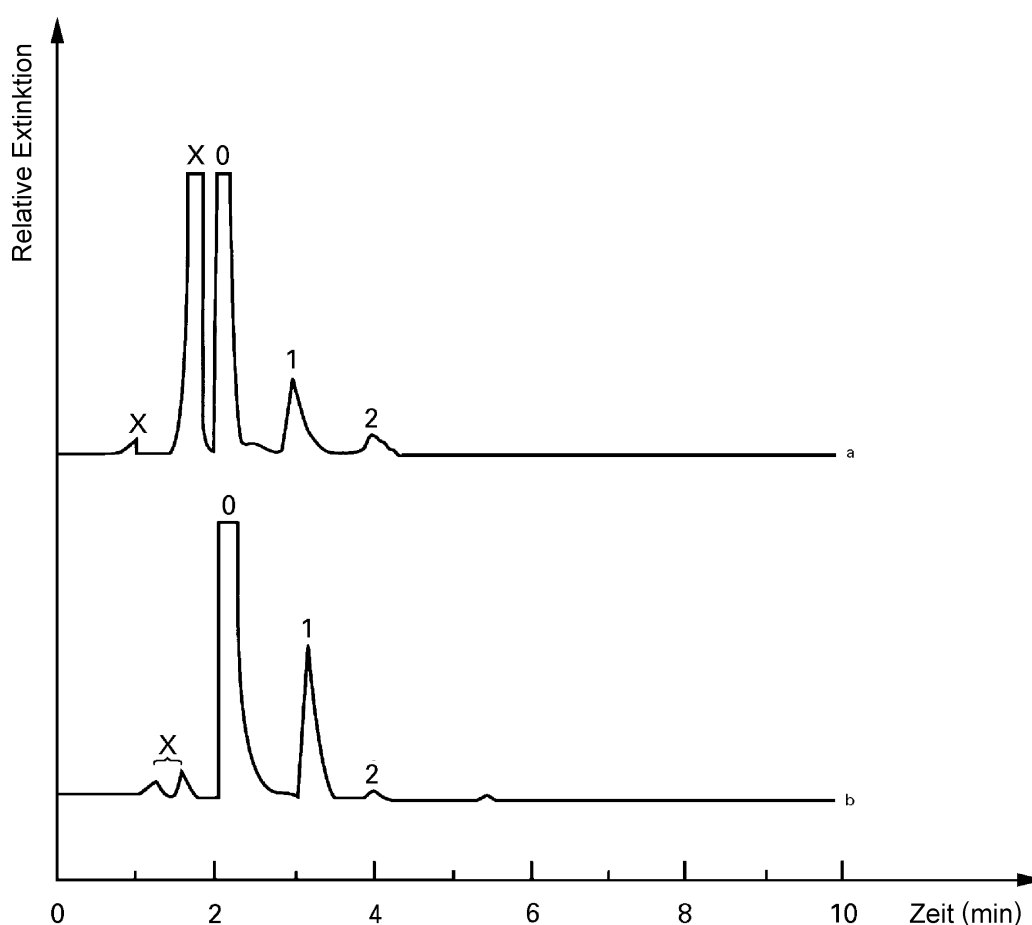
Das Probenahmeverfahren auf festem Sorbens ist spezifisch für die Probenahme und Analyse von Formaldehyd. Interferenzen stellen bei dieser Methode bestimmte isomere Aldehyde und Ketone dar, die beim Analysieren weiterer Aldehyde und Ketone vom HPLC-System unaufgelöst bleiben können. Interferieren werden organische Komponenten, die dieselbe Retentionszeit und eine signifikante Absorption bei 360 nm wie das DNPH-Derivat des Formaldehyds haben. Solche Interferenzen können häufig durch Veränderung der Trennungsbedingungen (zum Beispiel durch den Einsatz alternativer HPLC-Säulen oder mobiler Phasenarrangements) beseitigt werden.

Die Verunreinigung des DNPH-Reagenz mit Formaldehyd ist ein häufig anzutreffendes Problem. Das DNPH muss durch mehrfache Umkristallisationen mit Acetonitril (UV-Qualität) gereinigt werden. Um die Kristallgröße zu maximieren, ist die Umkristallisation bei 40 °C bis 60 °C durch langsame Verdampfung des Lösemittels auszuführen. Die Verunreinigungsgehalte des DNPH mit Carbonylverbindungen sind vor Gebrauch mit der HPLC zu bestimmen und sollten unter 0,15 µg je Kartusche liegen.

Werden die DNPH-beschichteten Probenahmekartuschen direktem Sonnenlicht ausgesetzt, können Artefakte auftreten. Dies ist zu vermeiden [4].

Die Methode kann nicht zur genauen Quantifizierung von Acrolein in Luft eingesetzt werden. Die ungenauen Ergebnisse für Acrolein können sich durch die Bildung von mehrfachen Derivat-Peaks und instabilen Peakverhältnissen ergeben [9].

NO₂ reagiert mit DNPH. Hohe NO₂-Konzentrationen (zum Beispiel bei Gasherden) können dadurch Probleme verursachen, dass, abhängig von der HPLC-Säule und den -Parametern, die Retentionszeit des Nitro-DNPH-Derivates ähnlich der des DNPH-Formaldehyd-Derivates sein kann [14, 15, 16].



Legende

X	unbekannt	2	Acetaldehyd
0	DNPH	A	mit Ozon
1	Formaldehyd	B	ohne Ozon

Bild 2 – Formaldehyd-Kartuschenproben aus einem Luftstrom mit und ohne Ozon

4.2 Ozon-Interferenz

Wenn der Verdacht besteht, dass ungewöhnlich hohe Ozonkonzentrationen im Probenahmebereich vorliegen könnten (z. B. durch Bürokopierer), so sind spezielle Vorkehrungen zu treffen. Es hat sich gezeigt, dass Ozon auf Grund seiner Reaktion mit DNPH und seinen Derivaten (Hydrazonen) in der

Kartusche negativ interferiert [5]. Die Stärke der Interferenz hängt von der zeitlichen Veränderung sowohl des Ozons als auch der Carbonylverbindungen sowie von der Probenahmedauer ab. Eine signifikante negative Interferenz durch Ozon wurde sogar bei Formaldehyd- und Ozonkonzentrationen beobachtet, wie sie für saubere Außenluft typisch sind (d. h. $2 \mu\text{g}/\text{m}^3$ und $80 \mu\text{g}/\text{m}^3$) [6]. Auf die Gegenwart von Ozon in der Probe kann leicht durch das Auftreten von neuen Komponenten mit Retentionszeiten kürzer als die des Hydrazons des Formaldehyds bei der Analyse geschlossen werden. Bild 2 zeigt die Chromatogramme von Proben eines mit Formaldehyd dotierten Luftstroms mit und ohne Ozon.

Die direkteste Lösung bezüglich der Ozon-Interferenz ist die Entfernung des Ozons, bevor die Probenahmeluft die Kartusche erreicht. Dies kann durch den Einsatz eines Ozon-Denuders oder -Scrubbers, der vor die Kartusche gesetzt wird, erreicht werden. Sowohl Ozon-Denuder als auch Ozon-Scrubber sind kommerziell erhältlich. Ein Denuder kann aus einem 1 m langen Kupferrohr mit einem Außendurchmesser von 0,64 cm und einem Innendurchmesser von 0,46 cm bestehen, das mit einer Kaliumiodid gesättigten Lösung in Wasser, die für einige Minuten (z. B. 5 min) gestanden hat, gefüllt ist. Das Kupferrohr wird drainiert und mit sauberer Luft oder Stickstoff für etwa 1 h getrocknet. Die Kapazität des beschriebenen Ozon-Denuders beträgt ungefähr $200 \mu\text{g Ozon}/\text{m}^3 \text{ h}$. Prüfaldehyde (Formaldehyd, Acetaldehyd, Propionaldehyd, Benzaldehyd und *p*-Tolualdehyd), die dynamisch einem Außenluft-Probenahmestrom zugesetzt wurden, durchliefen den Ozon-Denuder praktisch ohne Verluste [7]. Kommerzielle Ozon-Scrubber, die aus Kartuschen, die mit 300 mg bis 500 mg körnigem Kaliumiodid gefüllt sind, sind ebenfalls zur effektiven Ozonentfernung geeignet [8].

5 Sicherheitsvorkehrungen

5.1 Dieser Teil der ISO 16000 gibt nicht vor, alle eventuell sicherheitsrelevanten Aspekte, die mit ihrer Anwendung verbunden sind, anzuführen. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieses Teils der ISO 16000, angemessene Sicherheits- und Gesundheitsanweisungen zu erstellen und die Anwendbarkeit der behördlichen Vorgaben vor Beginn der Arbeiten festzulegen.

5.2 2,4-Dinitrophenylhydrazin ist im trockenen Zustand explosiv und muss mit äußerster Vorsicht gehandhabt werden. Es ist auch toxisch ($\text{LD}_{50}\text{-rate} = 654 \text{ mg}/\text{kg}$), hat sich in einigen Tests als mutagen erwiesen und reizt die Augen und die Haut.

5.3 Bei Konzentrationen unter 68 % Masseanteil ist Perchlorsäure beständig und bei Raumtemperatur nicht oxidierend. Bei Temperaturen oberhalb von 160°C jedoch wird sie rasch dehydriert und in Verbindung mit Alkohol, Holz, Cellulose und anderem oxidierbarem Material kann es zu Explosionen kommen. Sie sollte an einem kühlen, trockenen Ort verwahrt und nur in einem Chemikalienabzug mit Vorsicht verwendet werden.

6 Geräte

Gewöhnliche Laborgeräte und die folgenden Geräte.

6.1 Probenahme

6.1.1 Probenahmekartuschen

Gefüllt mit Kieselgel und beschichtet mit DNPH nach Abschnitt 8 oder wie kommerziell erhältlich.

Die Kartusche muss eine Mindestmenge von 350 mg Kieselgel mit einer DNPH-Mindestbeladung von 0,29 % Masseanteil enthalten. Das Verhältnis von Kieselgel-Schichtdurchmesser zu Schichtlänge darf nicht über 1:1 liegen. Bei einer Sammelrate von $1,5 \text{ l}/\text{min}$ muss die Kartuschenkapazität für Formaldehyd mindestens $75 \mu\text{g}$ und die Sammeleffizienz mindestens 95 % betragen. Probenahmekartuschen mit sehr niedrigen Blindwerten und hohem Wirkungsgrad sind kommerziell erhältlich.

ANMERKUNG Ein Druckabfall von 19 kPa bei einer Probenahmerate von $1,5 \text{ l}/\text{min}$ wurde bei den vom Anwender hergestellten Probenahmekartuschen beobachtet. Einige kommerziell verfügbare vorbeschichtete Kartuschen können geringere Druckabfälle zeigen, die den Einsatz von mit Batterien betriebenen, personengetragenen Probenahmepumpen erlauben.

6.1.2 Luftprobenahmepumpe

Geeignet zur genauen und präzisen Probenahme zwischen 0,1 l/min und 1,5 l/min.

6.1.3 Durchflussregler

Massendurchflussmesser und Massendurchflussregler, oder andere geeignete Instrumente, zur Messung/Einstellung einer Luftdurchflussrate von 0,50 l/min – 1,20 l/min durch die Probenahmekartusche.

6.1.4 Durchflussskalibrierer

Schwebekörperdurchflussmesser, Seifenblasenströmungsmesser oder Gasuhr feuchte Bauart.

6.2 Probenaufbereitung

6.2.1 Kartuschenbehälter

Borosilicatglasröhrchen (20 mm × 125 mm) mit Schraubkappen aus Polypropylen oder ein anderer geeigneter Behälter zum Transport der beschichteten Kartuschen.

6.2.2 Polyethylen-Handschuhe

Zur Handhabung der Kieselgel-Kartuschen.

6.2.3 Transportbehälter

Metallbehälter mit schließendem Deckel (zum Beispiel 8 l) oder andere geeignete Behälter mit Polyethylen-Luftpolsterverpackung oder einer anderen geeigneten Polsterung zur Halterung und Abfederung der verschlossenen Kartuschenbehälter.

ANMERKUNG Ein heiß versiegelter mit Plastikfolie ausgelegter Beutel der Art, wie er mit einigen kommerziell vorbeschichteten DNPH-Kartuschen erhältlich ist, kann bei Eignung für die Lagerung der DNPH-beschichteten Kartuschen nach der Probenahme verwendet werden.

6.2.4 Stand zur Kartuschenbeschichtung

Ein Spritzengestell, bestehend aus einer Aluminiumplatte (0,16 cm × 36 cm × 53 cm) mit justierbaren Beinen an vier Ecken. Um die stapelweise Verarbeitung von 45 Kartuschen zur Reinigung, Beschichtung und/oder Probenelution zu ermöglichen, wurde eine Matrix (5 × 9) von kreisförmigen Löchern mit einem Durchmesser geringfügig größer als der Durchmesser der 10-ml-Spritzen vom Zentrum der Platte aus symmetrisch gebohrt (siehe Bild 3).

6.2.5 Vorrichtung zur Kartuschentrocknung

Ein Stand mit Gasanschlüssen und mit Mehrfach-Standard-Spritzenanschlüssen (Stecker) (siehe Bild 3).

ANMERKUNG Die in 6.2.4 und 6.2.5 beschriebenen Geräte sind nur erforderlich, wenn es der Anwender vorzieht, DNPH-beschichtete Kartuschen selbst herzustellen.

6.3 Probenanalyse

6.3.1 HPLC-System

Bestehend aus einem Behälter für die mobile Phase; einer Hochdruckpumpe; einem Injektionsventil (automatischer Probengeber mit 25 µl oder einem geeigneten Schleifenvolumen); einer C 18 reverse phase-(RP-)Säule (z. B. 25 cm × 4,6 mm Innendurchmesser, 5 µm Partikeldurchmesser); einem UV-Detektor oder Diodenarraydetektor zur Messung bei 360 nm und einem Datenerfassungssystem oder einem Bandschreiber.