

DIN ISO 16000-3

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

ICS 13.040.20

Ersatz für
DIN ISO 16000-3:2002-08

**Innenraumluchtverunreinigungen –
Teil 3: Messen von Formaldehyd und anderen Carbonylverbindungen in
der Innenraumlucht und in Prüfkammern –
Probenahme mit einer Pumpe (ISO 16000-3:2011)**

Indoor air –

Part 3: Determination of formaldehyde and other carbonyl compounds in indoor air and
test chamber air –

Active sampling method (ISO 16000-3:2011)

Air intérieur –

Partie 3: Dosage du formaldéhyde et d'autres composés carbonylés dans l'air intérieur et
dans l'air des chambres d'essai –

Méthode par échantillonnage actif (ISO 16000-3:2011)

Gesamtumfang 37 Seiten

Kommission Reinhaltung der Luft im VDI und DIN - Normenausschuss KRdL

Inhalt

	Seite
Nationales Vorwort	3
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise.....	6
Einleitung.....	9
1 Anwendungsbereich	10
2 Normative Verweisungen	10
3 Kurzbeschreibung	10
4 Beschränkungen und Störungen	11
5 Sicherheitsvorkehrungen	13
6 Geräte.....	13
7 Reagenzien und Materialien	15
8 Herstellung der Reagenzien und Kartuschen.....	16
9 Verfahren	19
10 Berechnungen.....	29
11 Verfahrenskriterien und Qualitätssicherung	30
12 Präzision und Unsicherheit	32
13 Prüfbericht.....	32
Anhang A (informativ) Präzision und Unsicherheit	33
Anhang B (informativ) Schmelzpunkte von Derivaten der Carbonylverbindungen	35
Literaturhinweise	36

Nationales Vorwort

Internationale Technische Regelsetzung zum Innenraumluftbereich

ISO 16000-3:2011 wurde vom Unterkomitee SC 6 „Indoor air“ des Technischen Komitees ISO/TC 146 „Air quality“ erarbeitet. Obmannschaft und Sekretariat des SC 6 liegen bei Deutschland. An der Erstellung dieser Norm war der Fachbereich 4 „Umweltmesstechnik“ der Kommission Reinhaltung der Luft im VDI und DIN-Normenausschuss KRdL beteiligt.

Diese Norm enthält neben den gesetzlichen Einheiten auch die Einheit ppm und ppb, die in Deutschland nicht zugelassen sind. Es wird ausdrücklich darauf hingewiesen, dass die Anwendung dieser Einheit im nationalen amtlichen und geschäftlichen Verkehr aufgrund des Gesetzes über Einheiten im Messwesen nicht zulässig ist. Die Angabe dieser Einheit dient lediglich als Hilfe im amtlichen und geschäftlichen Verkehr (z. B. bei Einfuhr und Ausfuhr) mit solchen Staaten, die diese Einheit anwenden.

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

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO/IEC 17025 siehe DIN EN ISO/IEC 17025

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

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. Das DIN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Nationale Technische Regelsetzung zum Innenraumluftbereich

Messplanerische Aspekte von Innenraumluftmessungen für einzelne Stoffe bzw. Stoffgruppen werden in den einzelnen Blättern der Richtlinie VDI 4300 (siehe auch Nationalen Anhang (NA)) behandelt. Zum Teil dienen sie als alleinige Basisdokumente für die Erstellung einzelner Teile der ISO 16000 (z. B. bei der ISO 16000-1, ISO 16000-2, ISO 16000-5, ISO 16000-7, ISO 16000-12, ISO 16000-15, ISO 16000-16, ISO 16000-17, ISO 16000-18 und ISO 16000-26). Die Messverfahren (Probenahme und Nachweisverfahren) zur Bestimmung der jeweiligen Stoffe bzw. Stoffgruppen in der Innenraumluft werden in den Blättern der Richtlinie VDI 4301 dargestellt. Messverfahren, die sowohl im Innenraumluft- als auch im Immissionsbereich eingesetzt werden können, sind in weiteren VDI-Richtlinien beschrieben.

DIN ISO 16000 bzw. DIN EN ISO 16000 mit dem allgemeinen Titel *Innenraumluftverunreinigungen* besteht aus folgenden Teilen:

- Teil 1: Allgemeine Aspekte der Probenahmestrategie
- Teil 2: Probenahmestrategie für Formaldehyd
- Teil 3: Messen von Formaldehyd und anderen Carbonylverbindungen in der Innenraumluft und in Prüfkammern — Probenahme mit einer Pumpe
- Teil 4: Bestimmung von Formaldehyd — Probenahme mit Passivsammlern
- Teil 5: Probenahmestrategie für flüchtige organische Verbindungen (VOC)
- Teil 6: Bestimmung von VOC in der Innenraumluft und in Prüfkammern, Probenahme auf Tenax TA[®], thermische Desorption und Gaschromatographie mittels MS oder MS-FID

- Teil 7: Probenahmestrategie zur Bestimmung luftgetragener Asbestfaserkonzentrationen
- Teil 8: Bestimmung des lokalen Alters der Luft in Gebäuden zur Charakterisierung der Lüftungsbedingungen
- Teil 9: Bestimmung der Emission von flüchtigen organischen Verbindungen aus Bauprodukten und Einrichtungsgegenständen — Emissionsprüfkammer-Verfahren
- Teil 10: Bestimmung der Emission von flüchtigen organischen Verbindungen aus Bauprodukten und Einrichtungsgegenständen — Emissionsprüfzellen-Verfahren
- Teil 11: Bestimmung der Emission von flüchtigen organischen Verbindungen aus Bauprodukten und Einrichtungsgegenständen — Probenahme, Lagerung der Proben und Vorbereitung der Prüfstücke
- Teil 12: Probenahmestrategie für polychlorierte Biphenyle (PCB), polychlorierte Dibenzo-p-dioxine (PCDD), polychlorierte Dibenzofurane (PCDF) und polycyclische aromatische Kohlenwasserstoffe (PAH)
- Teil 13: Bestimmung der Summe gasförmiger und partikelgebundener dioxin-ähnlicher polychlorierter Biphenyle (PCB) und polychlorierter Dibenzo-p-dioxine/Dibenzofurane (PCDD/PCDF) — Probenahme auf Filtern mit nachgeschalteten Sorbenzien
- Teil 14: Bestimmung der Summe gasförmiger und partikelgebundener polychlorierter dioxin-ähnlicher Biphenyle (PCB) und polychlorierter Dibenzo-p-dioxine/Dibenzofurane (PCDD/PCDF) — Extraktion, Reinigung und Analyse mit hochauflösender Gaschromatographie und Massenspektrometrie
- Teil 15: Probenahmestrategie für Stickstoffdioxid (NO₂)
- Teil 16: Nachweis und Zählung von Schimmelpilzen — Probenahme durch Filtration
- Teil 17: Nachweis und Zählung von Schimmelpilzen — Kultivierungsverfahren
- Teil 18: Nachweis und Zählung von Schimmelpilzen — Probenahme durch Impaktion
- Teil 19: Probenahmestrategie für Schimmelpilze
- Teil 21: Nachweis und Zählung von Schimmelpilzen — Probenahme von Materialien
- Teil 23: Leistungsprüfung zur Beurteilung der Konzentrationsminderung von Formaldehyd durch sorbierende Baumaterialien
- Teil 24: Leistungsprüfung zur Beurteilung der Konzentrationsminderung von flüchtigen organischen und Carbonylverbindungen ohne Formaldehyd durch sorbierende Baumaterialien
- Teil 25: Bestimmung der Emission von schwerflüchtigen organischen Verbindungen aus Bauprodukten — Mikro-Prüfkammervorgang
- Teil 26: Probenahmestrategie für Kohlendioxid (CO₂)
- Teil 28: Bestimmung der Geruchsstoffemissionen aus Bauprodukten mit einer Emissionsprüfkammer
- Teil 29: Prüfverfahren für VOC Detektoren
- Teil 30: Sensorische Prüfung der Innenraumluft
- Teil 31: Bestimmung von Flammschutzmitteln und Weichmachern auf der Basis phosphororganischer Verbindungen — Phosphorsäureester
- Teil 32: Untersuchung von Gebäuden auf Schadstoffe und andere schädliche Faktoren — Erkundung

Folgende Teile sind in Vorbereitung:

- Teil 20: Nachweis und Zählung von Schimmelpilzen — Bestimmung der Gesamtsporenanzahl
- Teil 27: Standardverfahren für die quantitative Analyse von Asbestfasern in abgelagertem Staub

Folgender Teil ist geplant:

- Teil 22: Nachweis und Zählung von Schimmelpilzen — Molekularbiologische Verfahren

Änderungen

Gegenüber DIN 16000-3:2002-08 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Aufnahme der Abschnitte 11.5 „Messplanung“ und 13 „Prüfbericht“;
- b) Spezifizierung der Bestimmung von Butyraldehyd in Bild 7;
- c) Entfall der Bestimmung von Crotonaldehyd.

Frühere Ausgaben

DIN ISO 16000-3: 2002-08

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 5492, *Sensorische Analyse — Vokabular*

DIN EN ISO 8589, *Sensorische Analyse — Allgemeiner Leitfaden für die Gestaltung von Prüfräumen*

DIN EN ISO 8199, *Wasserbeschaffenheit — Allgemeine Anleitung zur Zählung von Mikroorganismen durch Kulturverfahren*

DIN EN ISO 9169, *Luftbeschaffenheit — Definition und Ermittlung von Verfahrenskenngrößen einer automatischen Messeinrichtung*

DIN ISO 12219-1, *Innenraumlufte von Straßenfahrzeugen — Teil 1: Gesamtfahrzeugprüfkammer — Spezifikation und Verfahren zur Bestimmung von flüchtigen organischen Verbindungen in der Fahrgastzelle*

DIN ISO 12219-2, *Innenraumlufte von Straßenfahrzeugen — Teil 2: Screeningverfahren für die Bestimmung von flüchtigen organischen Verbindungen aus Fahrzeuginnenraumausstattungssteilen — Probenbeutel-Verfahren*

DIN ISO 12219-3, *Innenraumlufte von Straßenfahrzeugen — Teil 3: Screeningverfahren für die Bestimmung von flüchtigen organischen Verbindungen aus Fahrzeuginnenraumausstattungssteilen — Mikroprüfkammer-Verfahren*

DIN ISO 12219-4, *Innenraumlufte von Straßenfahrzeugen — Teil 4: Verfahren für die Bestimmung von flüchtigen organischen Verbindungen aus Fahrzeuginnenraumausstattungssteilen — Kleine-Prüfkammer-Verfahren*

DIN ISO 12219-5, *Innenraumlufte von Straßenfahrzeugen — Teil 5: Verfahren für die Bestimmung von flüchtigen organischen Verbindungen aus Fahrzeuginnenraumausstattungssteilen — Statische-Prüfkammer-Verfahren*

DIN ISO 12884, *Außenlufte — Bestimmung der Summe gasförmiger und partikelgebundener polycyclischer aromatischer Kohlenwasserstoffe — Probenahme auf Filtern mit nachgeschalteten Sorbenzien und anschließender gaschromatographischer/massenspektrometrischer Analyse*

DIN V EN V 13005, *Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen*

DIN EN 14412, *Innenraumluftequalität — Passivsammler zur Bestimmung der Konzentrationen von Gasen und Dämpfen — Anleitung zur Auswahl, Anwendung und Handhabung*

DIN EN ISO 16017-1, *Innenraumlufte, Außenlufte und Luft am Arbeitsplatz — Probenahme und Analyse flüchtiger organischer Verbindungen durch Sorptionsröhrchen/thermische Desorption/Kapillar-Gaschromatographie — Teil 1: Probenahme mit einer Pumpe*

DIN EN ISO 16017-2, *Innenraumlufte, Außenlufte und Luft am Arbeitsplatz — Probenahme und Analyse flüchtiger organischer Verbindungen durch Sorptionsröhrchen/thermische Desorption/Kapillar-Gaschromatographie — Teil 2: Probenahme mit Passivsammlern*

DIN ISO 16362, *Außenlufte — Bestimmung partikelgebundener aromatischer Kohlenwasserstoffe mit Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie*

DIN EN ISO/IEC 17025, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien*

VDI 2464 Blatt 1, *Messen von Immissionen — Messen von Innenraumluf — Messen von polychlorierten Biphenylen (PCB) — GC/MS-Verfahren für PCB 28, 52, 101, 138, 153, 180*

VDI 2464 Blatt 2, *Messen von Immissionen — Messen von Innenraumluf — Messen von polychlorierten Biphenylen (PCB) — HR-GC/HR-MS-Verfahren für coplanare PCB*

VDI 2464 Blatt 3, *Messen von Immissionen — Messen von Innenraumluf — Messen von polybromierten Flammschutzmitteln*

VDI 3484 Blatt 1, *Messen von gasförmigen Immissionen — Messen von Innenraumlufverunreinigungen — Messen von Prüfgasen — Bestimmung der Formaldehydkonzentration nach dem Sulfit-Pararosanilin-Verfahren*

VDI 3484 Blatt 2, *Messen von gasförmigen Immissionen — Messen von Innenraumlufverunreinigungen — Bestimmung der Formaldehydkonzentration nach der Acetylaceton-Methode*

VDI 3498 Blatt 1, *Messen von Immissionen — Messen von Innenraumluf — Messen von polychlorierten Dibenzo-p-dioxinen und Dibenzofuranen — Verfahren mit großem Filter*

VDI 3498 Blatt 2, *Messen von Immissionen — Messen von Innenraumluf — Messen von polychlorierten Dibenzo-p-dioxinen und Dibenzofuranen — Verfahren mit kleinem Filter*

VDI 4252 Blatt 2, *Erfassen luftgetragener Mikroorganismen und Viren in der Außenluft — Aktive Probenahme von Bioaerosolen — Abscheidung von luftgetragenen Schimmelpilzen auf Gelatine/Polycarbonat-Filtern*

VDI 4253 Blatt 2, *Erfassen luftgetragener Mikroorganismen und Viren in der Außenluft — Verfahren zum kulturellen Nachweis der Schimmelpilzkonzentrationen in der Luft — Indirektes Verfahren nach Probenahme auf Gelatine/Polycarbonat-Filtern*

VDI 4300 Blatt 1, *Messen von Innenraumlufverunreinigungen — Allgemeine Aspekte der Messstrategie*

VDI 4300 Blatt 2, *Messen von Innenraumlufverunreinigungen — Messstrategie für polycyclische aromatische Kohlenwasserstoffe (PAH), polychlorierte Dibenzo-p-dioxine (PCDD), polychlorierte Dibenzofurane (PCDF) und polychlorierte Biphenyle (PCB)*

VDI 4300 Blatt 4, *Messen von Innenraumlufverunreinigungen — Messstrategie für Pentachlorphenol (PCP) und γ -Hexachlorcyclohexan (Lindan) in der Innenraumluf*

VDI 4300 Blatt 5, *Messen von Innenraumlufverunreinigungen — Messstrategie für Stickstoffdioxid (NO₂)*

VDI 4300 Blatt 6, *Messen von Innenraumlufverunreinigungen — Messstrategie für flüchtige organische Verbindungen (VOC)*

VDI 4300 Blatt 7, *Messen von Innenraumlufverunreinigungen — Bestimmung der Luftwechselzahl in Innenräumen*

VDI 4300 Blatt 8, *Messen von Innenraumlufverunreinigungen — Probenahme von Hausstaub*

VDI 4300 Blatt 9, *Messen von Innenraumlufverunreinigungen — Messstrategie für Kohlendioxid (CO₂)*

VDI 4300 Blatt 10, *Messen von Innenraumlufverunreinigungen — Messstrategie zum Nachweis von Schimmelpilzen im Innenraum*

VDI 4300 Blatt 11, *Messen von Innenraumlufverunreinigungen — Messstrategie für die Erfassung von luftgetragenen Partikeln im Innenraum — Partikel mit einem Äquivalentdurchmesser < 2,5 μ m*

VDI 4301 Blatt 1, *Messen von Innenraumluchtverunreinigungen — Messen der Stickstoffdioxidkonzentration — Manuelles photometrisches Verfahren (Saltzman)*

VDI 4301 Blatt 2, *Messen von Innenraumluchtverunreinigungen — Messen von Pentachlorphenol (PCP) und γ -Hexachlorcyclohexan (Lindan) — GC/MS-Verfahren*

VDI 4301 Blatt 3, *Messen von Innenraumluchtverunreinigungen — Messen von Pentachlorphenol (PCP) und γ -Hexachlorcyclohexan (Lindan) — GC/ECD-Verfahren*

VDI 4301 Blatt 4, *Messen von Innenraumluchtverunreinigungen — Messen von Pyrethroiden und Piperonylbutoxid in Luft, Hausstaub und Lösemittel-Wischproben*

VDI 4301 Blatt 5, *Messen von Innenraumluchtverunreinigungen — Messen von Flammschutzmitteln und Weichmachern auf Basis phosphororganischer Verbindungen — Phosphorsäureester*

VDI 4301 Blatt 6, *Messen von Innenraumluchtverunreinigungen — Messen von Phthalaten mit GC/MS*

VDI 4301 Blatt 7, *Messen von Innenraumluchtverunreinigungen — Messen von Carbonsäuren*

VDI 2464 Blatt 4, *Messen von Immissionen; Messen von Innenraumluft — Messen von persistenten, schwerflüchtigen Organohalogenverbindungen*

VDI 4301 Blatt 1, *Messen von Innenraumluchtverunreinigungen — Messen der Stickstoffdioxidkonzentration — Manuelles photometrisches Verfahren (Saltzman)*

VDI 4301 Blatt 2, *Messen von Innenraumluchtverunreinigungen — Messen von Pentachlorphenol (PCP) und γ -Hexachlorcyclohexan (Lindan) — GC/MS-Verfahren*

VDI 4301 Blatt 3, *Messen von Innenraumluchtverunreinigungen — Messen von Pentachlorphenol (PCP) und γ -Hexachlorcyclohexan (Lindan) — GC/ECD-Verfahren*

VDI 4301 Blatt 4, *Messen von Innenraumluchtverunreinigungen — Messen von Pyrethroiden und Piperonylbutoxid in Luft, Hausstaub und Lösemittel-Wischproben*

VDI 4301 Blatt 5, *Messen von Innenraumluchtverunreinigungen — Messen von Flammschutzmitteln und Weichmachern auf Basis phosphororganischer Verbindungen — Phosphorsäureester*

VDI 4301 Blatt 6, *Messen von Innenraumluchtverunreinigungen — Messen von Phthalaten mit GC/MS*

VDI 4302 Part 1, *Geruchsprüfung von Innenraumluft und Emissionen aus Innenraummaterialien; Grundlagen]*

VDI 4302 Part 2, *Geruchsprüfung von Innenraumluft und Emissionen aus Innenraummaterialien — Prüfstrategie für Geruchsprüfungen von Innenraumluft*

Folgende VDI-Richtlinien sind in Vorbereitung:

VDI 4301 Blatt 7, *Messen von Innenraumluchtverunreinigungen — Messen von Carbonsäuren*

VDI 2464 Blatt 4, *Messen von Immissionen; Messen von Innenraumluft — Messen von persistenten, schwerflüchtigen Organohalogenverbindungen*

Innenraumluftverunreinigungen — Teil 3: Messen von Formaldehyd und anderen Carbonylverbindungen in der Innenraumluft und in Prüfkammern — Probenahme mit einer Pumpe

Einleitung

Dieser Teil der ISO 16000 ist dazu gedacht, die Innenraumluft zu charakterisieren, wobei die einzusetzende Probenahmestrategie in ISO 16000-2 beschrieben ist. Er 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 wird in der Produktion von Harnstoff-Formaldehyd-Harzen, Klebern 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; dieses kann in dem Probenahmegerät besser zurückgehalten werden. Außerdem ist es einfach zu 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 Empfindlichkeit, 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 nach diesem Teil der ISO 16000 bestimmt werden.

Das Probenahmeverfahren basiert auf dem U.S.-EPA-Verfahren TO-11A [12].

Formaldehyd und bestimmte andere Carbonylverbindungen haben ein hohes toxisches Potential [15].

ISO 16017 [7] und [8] und ISO 12219 [2] bis [6] behandeln ebenfalls Messverfahren für flüchtige organische Verbindungen (VOC).

WARNUNG — Personen, die diesen Teil der ISO 16000 anwenden, sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Dieser Teil der ISO 16000 gibt nicht vor, irgendwelche Sicherheitsaspekte in Verbindung mit der Anwendung der Norm anzusprechen. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieses Teils der ISO 16000, geeignete Sicherheits- und Gesundheitsvorkehrungen zu ergreifen und die Anwendbarkeit bei jeglichen behördlichen Einschränkungen vor dem Einsatz sicherzustellen.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil der ISO 16000 legt ein Verfahren zur Bestimmung von Formaldehyd (HCHO) und anderen Carbonylverbindungen (Aldehyde und Ketone)¹⁾ in der Luft fest. Das Verfahren ist für Formaldehyd spezifisch, mit Modifikationen aber können mindestens 12 weitere aromatische sowie gesättigte und ungesättigte Carbonylverbindungen detektiert und quantifiziert werden. Das Verfahren ist geeignet zur Bestimmung von Formaldehyd und anderen Carbonylverbindungen im Konzentrationsbereich von ungefähr einem Mikrogramm je Kubikmeter ($1 \mu\text{g}/\text{m}^3$) bis zu einem Milligramm je Kubikmeter ($1 \text{ mg}/\text{m}^3$). Mit dem Probenahmeverfahren wird ein zeitlich gemittelter Messwert bestimmt. Das Verfahren kann für die Langzeit- (1 h bis 24 h) oder die Kurzzeitprobenahme (5 min bis 60 min) zur Bestimmung von Formaldehyd in der Luft eingesetzt werden.

Dieser Teil der ISO 16000 legt ein Probenahme- und Analysenverfahren für Formaldehyd und andere Carbonylverbindungen in Luft mit Kartuschen fest, die ein mit 2,4-Dinitrophenylhydrazin (DNPH) beschichtetes Sorbens enthalten. Die nachfolgende Analyse erfolgt mit der Hochleistungsflüssigkeitschromatographie (HPLC) und UV-Absorption [12] und [16]. Das Verfahren ist nicht für länger-kettige oder ungesättigte Carbonylverbindungen geeignet.

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

Acetaldehyd	2,5-Dimethylbenzaldehyd	<i>m</i> -Tolualdehyd
Aceton	Formaldehyd	<i>o</i> -Tolualdehyd
Benzaldehyd	Isovaleraldehyd	<i>p</i> -Tolualdehyd
Butyraldehyd	Propionaldehyd	Valeraldehyd
Capronaldehyde		

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO/IEC 17025:2005, *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories*

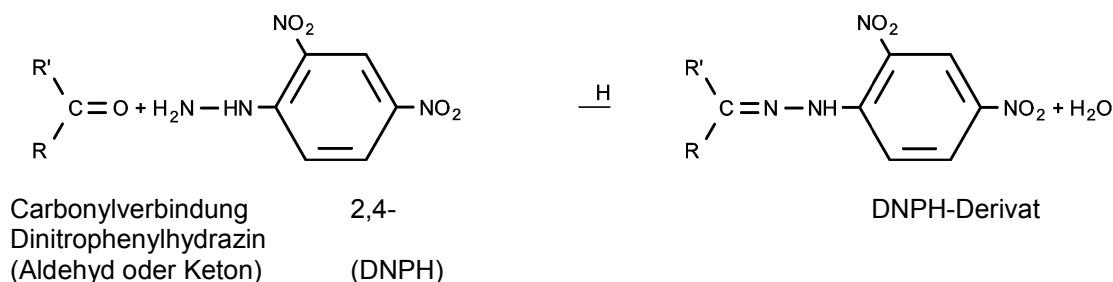
3 Kurzbeschreibung

Bei dem in diesem Teil der ISO 16000 spezifizierten Verfahren wird Luft durch Kartuschen gesaugt, die Kieselgel enthalten, das mit 2,4-Dinitrophenylhydrazin (DNPH) als Reagenz beschichtet ist. Das Prinzip des Verfahrens basiert auf der spezifischen Reaktion der Carbonylgruppe mit DNPH im sauren Medium. Dabei bilden sich, nach der in Bild 1 wiedergegebenen Reaktion, stabile Derivate. Mit Hilfe der Hochleistungsflüssigkeitschromatographie (HPLC) mit UV-Detektor oder Diodenarraydetektor werden die DNPH-Derivate auf die jeweiligen zugehörigen Aldehyde und Ketone untersucht. Der Nachweis ist auf andere Carbonylverbindungen — wie in 9.3.5 skizziert — ausgeweitet worden.

1) An Stelle der Nomenklatur nach IUPAC werden in diesem Teil der ISO 16000 die gebräuchlicheren Trivialnamen verwendet. Einige äquivalente Namen sind:

Acetaldehyd: Ethanal	Formaldehyd: Methanal	<i>o</i> -Tolualdehyd: 2-Methylbenzaldehyd
Aceton: 2-Propanon	Isovaleraldehyd: 3-Methylbutanal	<i>p</i> -Tolualdehyd: 4-Methylbenzaldehyd
Butyraldehyd: Butanal	Propionaldehyd: Propanal	Valeraldehyd: Pentanal
Capronaldehyd: Hexanal	<i>m</i> -Tolualdehyd: 3-Methylbenzaldehyd	

Dieser Teil der ISO 16000 weist den Anwender an, wie Probenahmekartuschen durch das Einbringen von angesäuertem DNPH in jede Kartusche aus kommerziellen Kieselgel-Kartuschen (Chromatographie-Qualität) herzustellen sind. Alternativ sind vorbeschichtete DNPH-Kieselgel-Kartuschen kommerziell erhältlich. Diese werden empfohlen, da sie generell durch die Herstellung von gleichmäßigerer Qualität 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 mit größerer Partikelgröße, aus der ein geringerer Druckabfall über die Kartusche resultiert, erhältlich sind. Diese Kartuschen mit geringem Druckabfall können für die Luftprobenahme mit batteriebetriebenen, personengetragenen Probenahmepumpen besser geeignet sein.



Legende

R, R' H, Alkylgruppe, aromatische Gruppe

Bild 1 — Reaktion der Carbonylverbindungen zur Bildung von 2,4-Dinitrophenylhydrazonen

4 Beschränkungen und Störungen

4.1 Allgemeines

Der in diesem Teil der ISO 16000 spezifizierte Probenahmestrom wurde bis 1,5 l/min validiert. Diese Volumenstrombegrenzung ergibt sich prinzipiell aus dem hohen Druckabfall (> 8 kPa bei 1,0 l/min) durch die vom Anwender hergestellten Kieselgel-Kartuschen mit Partikelgrößen von 55 µm bis 105 µm. Diese Kartuschen sind nicht generell kompatibel mit denen, die bei der personenbezogenen Probenahme verwendet werden und mit batteriebetriebene Pumpen ausgestattet sind (z. B. solche, die von Industriehygienikern eingesetzt werden).

Das Probenahmeverfahren mit festem Sorbens ist spezifisch für die Probenahme und Analyse von Formaldehyd. Störverbindungen bei diesem Verfahren sind bestimmte isomere Aldehyde und Ketone, die beim Analysieren weiterer Aldehyde und Ketone vom HPLC-System nicht getrennt erfasst werden können. Organische Verbindungen, die dieselbe Retentionszeit und eine signifikante Absorption bei 360 nm, wie das DNPH-Derivat des Formaldehyds haben, stören. Solche Störungen können häufig durch Veränderung der Trennungsbedingungen (z. B. durch den Einsatz alternativer HPLC-Säulen oder mobiler Phasenzusammensetzungen) beseitigt werden.

Die Verunreinigung des DNPH-Reagenz mit Formaldehyd ist ein häufig anzutreffendes Problem. Das DNPH muss durch mehrfache Umkristallisationen in Acetonitril (ACN) (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 [17].

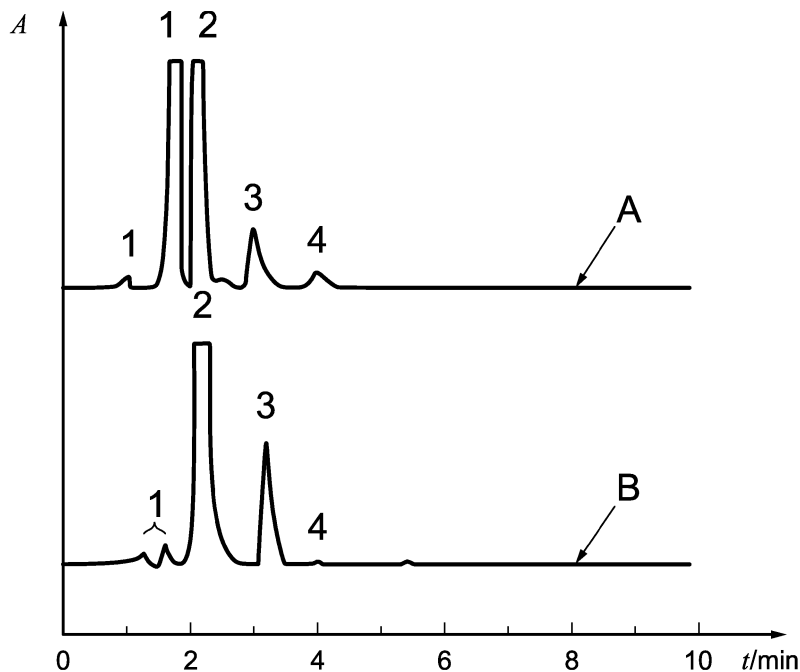
Das Verfahren kann nicht zur genauen Quantifizierung von Acrolein und Crotonaldehyd in der Luft eingesetzt werden. Die ungenauen Ergebnisse für diese Verbindungen können sich durch die Bildung von mehrfachen Derivat-Peaks und instabilen Peakverhältnissen ergeben [18].

Stickstoffdioxid reagiert mit DNPH. Hohe NO_2 -Konzentrationen (zum Beispiel bei Gasherden) können dadurch Probleme verursachen, dass, abhängig von der HPLC-Säule und den -Parametern, die Retentionszeit des Nitro-DNPH-Derivats ähnlich der des DNPH-Formaldehyd-Derivats sein kann [13], [14], [19].

4.2 Ozon-Störung

Wenn der Verdacht besteht, dass ungewöhnlich hohe Ozonkonzentrationen im Probenahmebereich vorliegen könnten (z. B. durch Bürokopierer), so sollten spezielle Vorkehrungen getroffen werden. Es hat sich gezeigt, dass Ozon auf Grund seiner Reaktion mit DNPH und seinen Derivaten (Hydrazonen) in der Kartusche negativ stört[20]. Die Stärke der Störung hängt von den zeitlichen Konzentrationsveränderungen sowohl des Ozons als auch der Carbonylverbindungen sowie von der Probenahmedauer ab. Eine signifikante negative Störung 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 $80 \mu\text{g}/\text{m}^3$) [19]. Auf die Gegenwart von Ozon in der Probe kann leicht durch das Auftreten von neuen Verbindungen mit Retentionszeiten kürzer als die des Hydrazons vom Formaldehyd bei der Analyse geschlossen werden. In Bild 2 werden die Chromatogramme von Proben eines mit Formaldehyd dotierten Luftstroms mit und ohne Ozon wiedergegeben.

Die direkteste Lösung bezüglich der Ozonstörung 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 hergestellt werden, indem eine wässrige, kaliumiodid-gesättigte Lösung für einige Minuten (z. B. 5 min) eingefüllt wird. Nach dem Ablassen der wässrigen Lösung wird das Kupferrohr mit sauberer Luft oder Stickstoff für etwa 1 h getrocknet. Der beschriebene Ozon-Denuder kann bis zu einer Ozonkonzentration von ungefähr $200 \mu\text{g Ozon}/\text{m}^3\text{h}$ in der Probenluft eingesetzt werden. Prüfaldehyde (Formaldehyd, Acetaldehyd, Propionaldehyd, Benzaldehyd und *p*-Tolualdehyd), die dynamisch einem Außenluft-Probenahmestrom zugesetzt wurden, durchliefen den Ozon-Denuder praktisch ohne Verluste [21]. Kommerzielle Ozon-Scrubber, die aus Kartuschen, die mit 300 mg bis 500 mg körnigem Kaliumiodid gefüllt sind, bestehen sind ebenfalls zur effektiven Ozonentfernung geeignet [22].



Legende

A relative Absorption
t Zeit
 A mit Ozon
 B ohne Ozon

1 unbekannt
 2 DNPH
 3 Formaldehyd
 4 Acetaldehyd

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