

Außenluftbeschaffenheit
Referenzverfahren zur Messung von Benzolkonzentrationen
Teil 2: Probenahme mit einer Pumpe, gefolgt von Lösemitteldesorption und
Gaschromatographie
Deutsche Fassung prEN 14662-2:2003

DIN
EN 14662-2

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

ICS 13.040.20

Einsprüche bis 2003-09-30

Entwurf

Ambient air quality — Standard method for measurement of benzene concentration — Part 2: Pumped sampling followed by solvent desorption and gas chromatography; German version prEN 14662-2:2003

Qualité de l'air ambiant — Méthode normalisée pour le mesurage des concentrations en benzène — Partie 2: Échantillonnage par pompage suivi d'une désorption au solvant et d'une chromatographie gazeuse; Version allemande prEN 14662-2:2003

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise als Datei per E-Mail an krdl@vdi.de in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter <http://www.din.de/stellungnahme> abgerufen werden;
- oder in Papierform an die Kommission Reinhaltung der Luft (KRdL) im VDI und DIN – Normenausschuss, Postfach 10 11 39, 40002 Düsseldorf.

Nationales Vorwort

Dieses Dokument prEN 14662-2 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 im Abschnitt 2 zitierten Internationalen und Europäischen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

EN 1076	siehe DIN EN 1076
ENV 13005	siehe DIN V ENV 13005
EN ISO/IEC 17025	siehe DIN EN ISO/IEC 17025
ISO 5725	siehe DIN ISO 5725
ISO 6144	siehe DIN ISO 6144

Fortsetzung Seite 2
und 34 Seiten prEN

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

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN 1076, *Arbeitsplatzatmosphäre – Pumpenbetriebene Sammelröhrchen zur Bestimmung von Gasen und Dämpfen - Anforderungen und Prüfverfahren; Deutsche Fassung EN 1076:1997*

DIN V ENV 13005, *Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen; Deutsche Fassung ENV 13005:1999*

DIN EN ISO/IEC 17025, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien (ISO/IEC 17025:1999); Dreisprachige Fassung EN ISO/IEC 17025:2000*

DIN ISO 5725, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen*

DIN ISO 6144, *Gasanalyse; Herstellung von Prüfgasen; Volumetrisch-statische Verfahren*

CEN/TC 264

Datum: 2003-04

prEN 14662-2

CEN/TC 264

Sekretariat: DIN

Außenluftbeschaffenheit - Referenzverfahren zur Messung von Benzolkonzentrationen - Teil 2: Probenahme mit einer Pumpe, gefolgt von Lösemitteldesorption und Gaschromatographie

Ambient air quality – Standard method for measurement of benzene concentration- Part 2: Pumped sampling followed by solvent desorption and gas chromatography

Qualité de l'air ambiant – Méthode normalisée pour le mesurage des concentrations en benzène – Partie 2 : Echantillonnage par pompage suivi d'une désorption au solvant et d'une chromatographie gazeuse

ICS :

Deskriptoren :

Inhalt

Seite

Vorwort.....	2
1 Anwendungsbereich.....	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe, Abkürzungen und Symbole	5
4 Beschreibung des Verfahrens	6
4.1 Kurzbeschreibung.....	6
4.2 Reagenzien und Materialien.....	6
4.2.1 Benzol.....	6
4.2.2 Kohlenstoffdisulfid	7
4.2.3 Interner Standard	7
4.2.4 Aktivkohle	7
4.2.5 Kalibrierstandards.....	7
4.2.6 Prüfgase.....	7
4.2.7 Standardaktivkohlerohre, mit Prüfgasen beladen	8
4.2.8 Herstellen von Standardlösungen in Kohlenstoffdisulfid	8
4.2.9 Stabilität der Kalibriermischungen.....	9
4.2.10 Standards für die Desorptionseffizienz	9
4.3 Geräte	9
4.3.1 Sorptionsrohre	9
4.3.2 Endkappen	10
4.3.3 Spritzen	10
4.3.4 Messkolben.....	10
4.3.5 Probenahmeapparatur	10
4.3.6 Schlauchleitungen	10
4.3.7 Volumenstromkalibriergerät zum Kalibrieren der Pumpe	10
4.3.8 Niederschlagsschutz	10
4.3.9 Stütze.....	11
4.3.10 Gaschromatograph	11
4.3.11 Automatischer Probengeber.....	11
4.4 Kalibrieren des Probenahmeapparates	11
4.5 Probenahme.....	11
4.6 Verfahren.....	12
4.6.1 Sicherheitsmaßnahmen.....	12
4.6.2 Desorption und Analyse.....	12
4.6.3 Kalibrieren.....	12
4.6.4 Bestimmen der Probenkonzentration	13
4.6.5 Bestimmen der Desorptionseffizienz	13
4.7 Berechnen der Massenkonzentration von Benzol.....	13
4.8 Analysenbericht	14
5 Bestimmung der Verfahrenskenngrößen	14
5.1 Einleitung.....	14
5.2 Wichtige Unsicherheitsbeiträge und Kriterien.....	14
5.3 Beurteilung der Verfahrenskenngrößen	15
5.3.1 Allgemeines	15
5.3.2 Probenluftvolumen	15
5.3.3 Benzolmasse in der Probe	18
5.3.4 Substanzmasse im Probenblindwert	23
5.3.5 Unsicherheitsbeiträge zwischen den Laboratorien.....	24
5.4 Vereinigte Unsicherheit	24
5.5 Erweiterte Unsicherheit	24

5.6	Unsicherheit aus den Verfahrenskenngrößen	24
5.7	Unsicherheit des Jahresmittelwertes	24
6	Gebrauchshinweise	24
Anhang A	(informativ) Bestimmen des Durchbruchsvolumens	26
A.1	Definition	26
A.2	Reagenzien	26
A.3	Geräte	26
A.3.1	Aktivkohlerohr	26
A.3.2	Volumenstrommessgerät, Messbereich 20 ml/min bis 200 ml/min	26
A.3.3	Flammenionisationsdetektor	26
A.4	Bestimmung	26
A.5	Berechnung	27
Anhang B	(informativ) Abschätzen der Unsicherheit des Jahresmittelwertes	28
Anhang C	(informativ) Verfahrenskenngrößen	32
C.1	Stand der Technik	32
C.2	Ergebnisse von Vergleichsmessungen zwischen Laboratorien	33
C.3	Vereinigte Unsicherheit	33
C.4	Erweiterte Unsicherheit	33
Schrifttum		34

Vorwort

Dieses Dokument (prEN 14662-2:2003) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 264 „Luftbeschaffenheit“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist zurzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von prEN 14662 ist in Übereinstimmung mit der allgemeinen Methode, die als Grundlage des Referenzverfahrens der Europäischen Union zur Bestimmung von Benzol in Außenluft [1] gewählt wurde, um Messwerte mit Grenzwerten auf Basis von Jahresmittelwerten zu vergleichen.

Dieser Teil von prEN 14662 gibt allgemeine Anleitungen für die Probenahme und Analyse von Benzol in Außenluft durch aktive Probenahme, Lösemitteldesorption und Kapillar-Gaschromatographie.

Dieser Teil von prEN 14662 ist anwendbar auf die Bestimmung von Benzol in einem Massenkonzentrationsbereich von etwa 0,5 µg/m³ bis 50 µg/m³ in Luftproben, die typischerweise über eine Zeitspanne von 24 h genommen wurden..

Die obere Grenze des anwendbaren Bereiches wird durch die Sorptionskapazität des Sorbens und dem linearen dynamischen Bereich des Gaschromatographen und des Detektors bzw. vom Trennvermögen der verwendeten Analysengeräte angegeben. Die untere Grenze des anwendbaren Bereiches hängt vom Rauschpegel des Detektors und von den Benzolblindwerten und/oder störenden Artefakten auf dem Sorbens und in der Desorptionslösung ab.

Das hier beschriebene Verfahren beruht auf der Probenahme auf Sorptionsrohren, die typischerweise 100 mg Aktivkohle enthalten, und auf der Desorption mit Kohlenstoffdisulfid.

Andere Sorbenzien als Aktivkohle dürfen verwendet werden, wenn äquivalente Verfahrenskenngrößen nachgewiesen werden können.

Andere Desorptionslösemittel als Kohlenstoffdisulfid dürfen verwendet werden, wenn äquivalente Verfahrenskenngrößen nachgewiesen werden können.

2 Normative Verweisungen

Diese Europäische Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen nur zu dieser Europäischen Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation (einschließlich Änderung).

EN 1076	1997	Workplace atmospheres – Pumped sorbent tubes for the determination of gases and vapours – Requirements and test
ENV 13005	1999	Guide to the expression of uncertainty in measurement

CR 14377	2002	Air quality – Approach to uncertainty estimation for ambient air reference methods
ISO 5725	1994	Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. All parts
ISO 6144	2002	Gas analysis – Preparation of calibration gas mixtures – Static volumetric method
ISO 6145		Gas analysis – Preparation of calibration gas mixtures. –Dynamic volumetric methods. All parts
ISO 16200-1	2001	Indoor, ambient and workplace air – Sampling and analysis of volatile organic compounds by sorbent tube / solvent desorption / capillary gas chromatography – Part 1: Pumped sampling
EN ISO 17025	2000	General requirements for the competence of testing and calibration laboratories

3 Begriffe, Abkürzungen und Symbole

Für die Anwendung dieser Europäischen Norm gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Vereinigte 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].

3.2

Desorptionseffizienz

das Verhältnis der von einer Probenahmepartitur desorbierten Analytmass zur vorgegebenen Masse [EN 1076 : 1997].

3.3

Erweiterte Unsicherheit

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 kann 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 vereinigte Standardunsicherheit charakterisiert wird, um einen bestimmten Vertrauensbereich mit der durch die erweiterte Unsicherheit bezeichneten Spanne zu verknüpfen. Der zu der Spanne gehörende Vertrauensbereich kann nur so weit bekannt sein, wie die Annahmen berechtigt sind.

ANMERKUNG 3 In ENV 13005 : 1999 wird die erweiterte Unsicherheit mit „overall uncertainty“ bezeichnet.

3.4

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]

3.5

Probenahmeeffizienz

Verhältnis der von einem Probenahmegerät gesammelten Masse eines Analyten zur vorgegebenen Masse

3.6

Standardunsicherheit

Unsicherheit eines Messergebnisses, ausgedrückt als Standardabweichung [ENV 13005 : 1999]

3.7

Unsicherheit (der Messung)

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

ANMERKUNG 3 Es gilt als vereinbart, dass ein Messergebnis der beste Schätzwert eines Wertes des Messobjektes ist und das alle Beiträge zur Messunsicherheit, einschließlich solcher aus systematischen Effekten, wie Beiträge aus Korrekturen und Referenzstandards, dieser Streuung unterworfen sind.

Es wird darauf aufmerksam gemacht, dass die Ausdrücke „Außenluft“ und „Grenzwert“ in der Direktive 96/62/EU [2] definiert sind.

4 Beschreibung des Verfahrens

4.1 Kurzbeschreibung

Ein abgemessenes Volumen an Probenluft wird durch ein mit Aktivkohle gefülltes Sorptionsrohr gesaugt. Bei Wahl geeigneter Probenahmebedingungen wird das Benzol vom Sorbens zurückgehalten und so aus dem Luftstrom entfernt. Das gesammelte Gas (auf jedem Rohr) wird mit Kohlenstoffdisulfid desorbiert und in einem Gaschromatographen analysiert, der mit einer Kapillarsäule und einem Flammenionisationsdetektor oder einem anderen geeigneten Detektor ausgerüstet ist. Die Analyse wird mit Kalibrierstandards auf Aktivkohlerohren oder Kalibrierlösungen bekannten Benzolgehaltes in Kohlenstoffdisulfid kalibriert.

4.2 Reagenzien und Materialien

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

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

4.2.1 Benzol

Benzol wird als Reagens zum Kalibrieren und zur Bestimmung der Desorptionseffizienz benötigt. Das verwendete Benzol sollte eine nachgewiesene Mindestreinheit von 99,5 % besitzen.

4.2.2 Kohlenstoffdisulfid

Das für die Desorption des Benzols von der Aktivkohle verwendete Kohlenstoffdisulfid darf keine Verbindungen enthalten, die bei der Analyse des gesammelten Benzols stören.

Das verwendete Kohlenstoffdisulfid muss Benzolkonzentrationen unter 0,1 µg/ml aufweisen.

1.1.3 Interner Standard

Ein interner Standard darf zur Korrektur von kleinen Volumenschwankungen des analysierten 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. Der interne Standard wird dem Kohlenstoffdisulfid vor der Herstellung der Kalibrierlösungen (4.2.8) oder vor der Desorption der Proben (4.6) bzw. der Kalibrierstandards (4.2.5) zugefügt.

1.1.4 Aktivkohle

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

ANMERKUNG Die Sorptionskapazität und die Desorptionseffizienz verschiedener Chargen von Aktivkohle können sich unterscheiden. Gekaufte Rohre sollten ggf. aus derselben Charge in ausreichender Anzahl gekauft werden, um für eine bestimmte Zeitdauer gleiche Leistungsfähigkeit sicherzustellen.

1.1.5 Kalibrierstandards

Kalibrierstandards können hergestellt werden durch Beladen der benötigten Menge an Benzol aus Prüfgasen auf die Sorptionsrohre (4.2.6) derselben Charge wie die für die Probenahme verwendeten, da diese Vorgehensweise der Probenahme in der Praxis am nächsten kommt.

Die Konzentrationen der aus den Probenahmerohren desorbierten Lösungen dürfen dann direkt mit den Lösungen aus der Desorption der Rohrstandards verglichen werden, d.h. ohne Korrektur für Desorptionseffizienz (4.6.5).

Sollte diese Herstellungsweise der Kalibrierstandards nicht praktikabel sein, können Kalibrierlösungen in Kohlenstoffdisulfid (siehe 4.2.8) hergestellt werden, um die Konzentrationen der desorbierten Lösungen (4.6.2) mit den Kalibrierstandards der gaschromatographischen Analyse zu vergleichen.

In diesem Fall muss die Desorptionseffizienz geeignet korrigiert werden (siehe 4.6.5)

ANMERKUNG Die Verwendung eines internen Standards als Ersatz für die Korrektur der Desorptionseffizienz ist nicht erlaubt. Die Desorptionseffizienz sollte direkt mit Benzol bestimmt werden.

1.1.6 Prüfgase

Prüfgase mit bekannten Benzolkonzentrationen werden nach einem anerkannten Verfahren hergestellt. Geeignet sind die Verfahren, die in ISO 6144 und ISO 6145 beschrieben sind. Wenn das Verfahren nicht unter Bedingungen angewandt wird, die die vollständige Rückführbarkeit der erzeugten Konzentrationen auf Primärstandards 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.

1.1.7 Standardaktivkohlerohre, mit Prüfgasen beladen

Beladene Aktivkohlerohre werden hergestellt, indem ein genau bekanntes Volumen des Prüfgases z.B. mit einem Massenstromregler oder einer Pumpe durch das Sorptionsrohr geleitet wird. Nach dem Beladen werden die Rohre abgenommen und verschlossen.

Prüfgase mit Benzolkonzentrationen im Bereich von $5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ bis $50 \mu\text{g}/\text{m}^3$ werden hergestellt. Durch Probenahme von 100 ml bis 1 l dieser Prüfgase werden Aktivkohlestandards mit 0,5 μg , 1 μg , 2,5 μg , 5 μg , 10 μg , 25 μg und 50 μg hergestellt.

ANMERKUNG Die angegebenen Beladungsmengen sind nicht bindend und dem Anwendungsbereich nach Abschnitt 1 für eine 1-m³-Probe angenähert. Bei speziellen Anwendungen mit anderen Volumina können anderen Beladungsbereiche geeigneter sein.

Je nach ihrer Stabilität werden neue Standards in geeigneten Zeitabständen hergestellt.

Bei Lagertemperaturen unter -18 °C sind Standards mit etwa 5 μg Benzol mindestens zwei Monate lang stabil.

1.1.8 Herstellen von Standardlösungen in Kohlenstoffdisulfid

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. Nachstehend wird ein Beispiel für die Herstellung einer geeigneten Reihe von Kalibrierlösungen gegeben.

1.1.1.1 Lösung mit ungefähr 1 mg/ml

Ungefähr 100 mg Benzol werden auf einer Waage mit einer Auflösung von $\leq 0,1 \text{ mg}$ in einen 100-ml-Messkolben eingewogen. Mit Kohlenstoffdisulfid (4.2.2) wird auf 100 ml aufgefüllt. Der Kolben wird dann verschlossen, gewogen und durch Schütteln gemischt.

ANMERKUNG 1 Um sicherzustellen, dass die Unsicherheit der eingewogenen Benzolmasse dem Anwendungsbereich angepasst ist, sollte die Wägeunsicherheit der Apparatur ($k=2$) kleiner als $\pm 0,1 \text{ mg}$ betragen.

ANMERKUNG 2 Auf der Volumetrie beruhende Herstellverfahren können angewandt werden, wenn sie bezüglich der Benzolkonzentration äquivalente Unsicherheiten ergeben.

1.1.1.1 Lösung mit ungefähr 0,1 mg/ml

Ungefähr 10 mg Benzol werden auf einer Waage mit einer Auflösung von 10 μg in einen 100-ml-Messkolben eingewogen. Mit Kohlenstoffdisulfid (4.2.2) wird auf 100 ml aufgefüllt. Der Kolben wird dann verschlossen, gewogen und durch Schütteln gemischt.

1.1.1.3 Lösungen mit ungefähr 10 $\mu\text{g}/\text{ml}$, 25 $\mu\text{g}/\text{ml}$ und 50 $\mu\text{g}/\text{ml}$

Jeweils 50 ml Kohlenstoffdisulfid werden in eine Reihe von 100-ml-Messkolben gegeben, dann werden 1 ml, 2,5 ml oder 5 ml der Lösung 4.2.8.1 zugegeben. Mit Kohlenstoffdisulfid wird auf 100 ml aufgefüllt; der Kolben wird verschlossen, gewogen und durch Schütteln gemischt.

1.1.1.4 Lösungen mit ungefähr 1 $\mu\text{g}/\text{ml}$, 2,5 $\mu\text{g}/\text{ml}$ und 5 $\mu\text{g}/\text{ml}$

Jeweils 50 ml Verdünnungslösemittel werden in 100-ml-Messkolben gegeben. 1 ml, 2,5 ml oder 5 ml der Lösung 4.2.8.2 werden zugegeben. Mit Kohlenstoffdisulfid wird auf 100 ml aufgefüllt; der Kolben wird verschlossen, gewogen und durch Schütteln gemischt.

1.1.1.5 Lösung mit ungefähr 0,5 µg/ml

50 ml Kohlenstoffdisulfid werden in einen 100-ml-Messkolben gegeben. 1 ml der Lösung mit 50 µg/ml (4.2.8.3) werden zugegeben. Mit Kohlenstoffdisulfid wird auf 100 ml aufgefüllt; der Kolben wird verschlossen, gewogen und durch Schütteln gemischt.

1.1.9 Stabilität der Kalibrieremischungen

Die Lagerdauer für Kalibrierlösungen hängt von ihrem Verwendungszweck ab. In den oben genannten Beispielen sind die Kalibrierlösungen 4.2.8.1 und 4.2.8.2 bei Lagerung in dunklen Glasflaschen mit PTFE-kaschierten Schraubkappen bei 4 °C mindestens ein Jahr stabil.

Normalerweise sollten die Lösungen 4.2.8.3 bis 4.2.8.5 monatlich, bei Anzeichen von Zersetzung oder Verdampfung häufiger, neu hergestellt werden.

1.1.10 Standards für die Desorptionseffizienz

Beladene Sorptionsrohre werden mit Prüfgasen (4.2.6) nach dem Verfahren in 4.2.7 hergestellt.

Wenn die Herstellung von Prüfgasen nicht praktikabel ist, dürfen die Standards durch Aufgabe von Flüssigkeit hergestellt werden. Dabei muss die Genauigkeit der Aufgabetechnik nachgewiesen sein durch Verfahren, die Aufgabemengen ergeben, die auf Primärstandards von Masse und/oder Volumen rückführbar sind oder durch ein unabhängiges Verfahren bestätigt werden.

Die Sorptionsrohre werden belade, indem Aliquots von Kalibrierlösungen (4.2.8) mit genau bekannter Masse oder Volumen auf saubere Sorptionsrohre folgendermaßen injiziert werden: Ein Sorptionsrohr wird an ein T-Stück, dessen eine Ende mit einem Septum versehen ist, oder an die Injektionseinheit des Gaschromatographen angeschlossen, durch das ein inerter Spülgasstrom von 100 ml/min geleitet wird. Dann wird ein 5-µl-Aliquot einer geeigneten Kalibrierlösung durch das Septum injiziert und 5 min gespült. Das Rohr wird dann abgenommen und verschlossen.

1.3 Geräte

Normale Laboratoriumsgeräte sowie

1.3.1 Sorptionsrohre

Ein typisches Sorptionsrohr besteht aus einem an beiden Enden zugeschmolzenen Glasrohr von 70 mm Länge mit einem Außendurchmesser von 6 mm und einem Innendurchmesser von 4 mm, das zwei Sorbenschichten enthält. Bei Aktivkohle enthält die Sorptionsschicht 100 mg Aktivkohle und die Sicherheitsschicht 50 mg. Die Schichten werden durch ein inertes Material getrennt und die Füllung, z.B. durch Glaswollepfropfen (vorzugsweise silanisiert) gehalten.

Zum Schutz vor Bruch müssen sich die Rohre in Schutzhaltern befinden.

Die Desorptionseffizienz (D) für jede Rohrcharge muss nach einem der Verfahren in 4.6.5 geprüft werden. Wenn D kleiner ist als 0,9 (90 %), dürfen die Rohre nicht verwendet werden.

ANMERKUNG 1 Statt kommerzieller Zweischichtenrohre können Einschichtenrohre verwendet werden. Diese Anordnung bietet den Vorteil, dass die Rohre nach der Probenahme nicht bei tieferen Temperaturen gelagert zu werden brauchen, um Diffusion der sorbierten Verbindungen von einer Schicht in die andere zu verhindern.

ANMERKUNG 2 Rohre, die diese Anforderungen erfüllen, sind im Handel erhältlich, können aber auch vom Anwender hergestellt werden. Selbst hergestellte Sammler sollten erst verwendet werden, wenn reproduzierbare und konstante Sorptionseigenschaften nachgewiesen sind.