

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

ICS 13.040.20

Entwurf

Einsprüche bis 2003-09-30

Ambient air quality — Standard method for measurement of benzene concentrations — Part 4: Diffusive sampling followed by thermal desorption and gas chromatography;
German version prEN 14662-4:2003

Qualité de l'air ambiant — Méthode normalisée pour le mesurage des concentrations en benzène — Partie 4: Echantillonnage par diffusion suivi d'une désorption thermique et d'une chromatographie gazeuse;
Version allemande prEN 14662-4:2003

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 838	siehe DIN EN 838
EN 13528-2	siehe DIN EN 13528-2
EN 13528-3	siehe DIN EN 13528-3
ENV 13005	siehe DIN V ENV 13005
ISO 5725	siehe DIN ISO 5725
ISO 6142	siehe DIN ISO 6142
ISO 6144	siehe DIN ISO 6144
EN ISO 16017-2	siehe DIN EN ISO 16017-2

Fortsetzung Seite 2
und 34 Seiten prEN

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



Documents

Document Sharing Hub

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN 838, *Luftbeschaffenheit am Arbeitsplatz – Diffusionssammler für die Bestimmung von Gasen und Dämpfen – Anforderungen, Prüfung, Kennzeichnung; Deutsche Fassung EN 838:1995*

DIN EN 13528-2, *Außenluftqualität – Passivsammler zur Bestimmung der Konzentrationen von Gasen und Dämpfen; Anforderungen und Prüfverfahren – Teil 2: Spezifische Anforderungen und Prüfverfahren; Deutsche Fassung EN 13528-2:2002*

DIN EN 13528-3, *Außenluftqualität – Passivsammler zur Bestimmung der Konzentrationen von Gasen und Dämpfen – Teil 3: Anleitung zur Auswahl, Anwendung und Handhabung; Deutsche Fassung prEN 13528-3:2001*

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

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

DIN ISO 6142, *Gasanalyse – Herstellung von Prüfgasen – Wägeverfahren*

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

DIN EN ISO 16017-2, *Innenraumlufte, Außenluft und Luft am Arbeitsplatz – Probenahme und Analyse flüchtiger organischer Verbindungen durch Sorptionsröhrchen/thermische Desorption/Kapillar-Gaschromatographie – Teil 2: Probenahme mit Passivsammlern (ISO/DIS 16017-2:1999); Deutsche Fassung prEN ISO 16017-2:1999*

CEN/TC 264

Datum: 2003-04

prEN 14662-4

CEN/TC 264

Sekretariat: DIN

Außenluftbeschaffenheit – Referenzverfahren zur Bestimmung von Benzolkonzentrationen – Teil 4: Diffusionsprobenahme, gefolgt von Thermodesorption und Gaschromatographie

Ambient air quality – Standard method for measurement of benzene concentrations - Part 4: Diffusive sampling followed by thermal desorption and gas chromatography

Qualité de l'air ambiant – Méthode normalisée pour le mesurage des concentrations en benzène – Partie 4 : Échantillonnage par diffusion suivi d'une désorption thermique et d'une chromatographie gazeuse

ICS :

Deskriptoren :

Dokument -Typ : Europäische Norm
Dokument-Untertyp :
Dokumentstufe : CEN-Umfrage
Dokumentsprache : D

Inhalt

Seite

Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Definitionen	5
4 Verfahrensbeschreibung	7
4.1 Grundlagen.....	7
4.2 Reagenzien und Materialien	7
4.2.1 Benzol	7
4.2.2 Verdünnungslösemittel	7
4.2.3 Sorbenzien.....	7
4.2.4 Kalibrierstandards	7
4.2.5 Prüfgase.....	8
4.2.6 Standardsorptionsrohre, mit Prüfgasen beladen.....	8
4.2.7 Herstellen von Standardlösungen für die Aufgabe von Flüssigkeiten	8
4.2.8 Stabilität der Kalibriermischungen	9
4.2.9 Standardsorptionsrohre, mit Flüssigkeit beladen.....	9
4.3 Geräte.....	9
4.3.1 Sorptionsrohre	9
4.3.2 Endkappen für die Sorptionsrohre	9
4.3.3 Endkappen für die Sorptionsrohre bei der Probenahme.....	9
4.3.4 Spritzen	10
4.3.5 Schutz vor Niederschlag	10
4.3.6 Stütze	10
4.3.7 Gaschromatograph.....	10
4.3.8 Thermodesorptionsapparat	10
4.3.9 Injektionseinrichtung zur Herstellung von Standards durch Zugabe von Flüssigkeiten	10
4.4 Konditionieren des Probenrohres.....	10
4.5 Probenahme	11
4.6 Verfahren	11
4.6.1 Sicherheitsmaßnahmen	11
4.6.2 Desorption und Analyse.....	11
4.6.3 Kalibrieren	13
4.6.4 Bestimmen der Probenkonzentration.....	13
4.6.5 Bestimmen der Desorptionseffizienz.....	13
4.6.6 Kalibrieren der Aufnahmerate	13
4.7 Berechnen der Massenkonzentration des Analyten	13
4.8 Analysenbericht.....	14
5 Bestimmung der Verfahrenskenngrößen	14
5.1 Einleitung.....	14
5.2 Wichtige Unsicherheitsbeiträge und Kriterien	15
5.3 Beurteilung der Verfahrenskenngrößen.....	15
5.3.1 Allgemeines	15
5.3.2 Probenluftvolumen	15
5.3.3 Benzolmasse in der Probe	17
5.3.4 Substanzmasse im Probenblindwert	21
5.3.5 Unsicherheitsbeiträge zwischen den Laboratorien	22
5.4 Vereinigte Unsicherheit.....	22
5.5 Erweiterte Unsicherheit.....	23

5.6	Unsicherheit aus den Leistungskriterien.....	23
5.7	Unsicherheit der Jahresmittelwertes der Messergebnisse.....	23
6	Anwendungshinweise.....	23
Anhang A	(informativ) Aufnahmeraten durch Diffusion für Benzol auf Sorptionsrohre (ohne Membran)	24
Anhang B	(informativ) Beschreibung der Sorbenstypen.....	25
Anhang C	(informativ) Hinweise zur Wahl des Sorbens	26
Anhang D	(informativ) Hinweise zum Gebrauch der Sorbenzien.....	27
Anhang E	(informativ) Verfahrenskenngrößen	28
E.2	Ergebnisse von Vergleichsmessungen zwischen Laboratorien.....	28
E.3	Vereinigte Unsicherheit	29
E.4	Erweiterte Unsicherheit	29
Anhang F	(informativ) Abschätzen der Unsicherheit des Messergebnisses für den Jahresmittelwert.....	30
Schrifttum		34

Vorwort

Dieses Dokument (prEN 14662-4:2003) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 264 „Luftbeschaffenheit“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von prEN 14662 gibt Anleitungen für die Probenahme und Analyse von Benzol in Luft durch Diffusionsprobenahme, Thermodesorption und Kapillar-Gaschromatographie.

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 Messergebnisse mit Grenzwerten auf Basis von Jahresmittelwerten zu vergleichen.

Dieser Teil von prEN 14662 ist anwendbar auf die Bestimmung von gasförmigem Benzol in einem Massenkonzentrationsbereich von etwa 0,5 µg/m³ bis 50 µg/m³ in einer Luftprobe, die üblicherweise über vier Wochen genommen wurde.

Die obere Grenze des anwendbaren Bereiches wird durch die Sorptionskapazität des verwendeten Sorbens und dem linearen dynamischen Bereich der gaschromatographischen Säule 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 ab. Der Gehalt an Artefakten liegt üblicherweise im unteren Nanogrammbereich für Sorbenzien wie graphitisierter Kohlenstoff. Höhere Gehalte an aromatischen Kohlenwasserstoffen wurden in anderen Sorbenzien gefunden.

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 838	1995	Workplace atmospheres – Diffusive samplers for the determination of gases and vapours – Requirements and test methods.
EN 13528-2		Ambient air quality – Diffusive samplers for the determination of concentrations of gases and vapours – Requirements and test methods – Part 2: Specific requirements and test methods.
EN 13528-3		Ambient air quality – Diffusive samplers for the determination of concentrations of gases and vapours – Requirements and test methods – Part 3: Guide for selection, installation, use and maintenance.
EN 13005	1999	Guide to the expression of uncertainty in measurements.

CR 14377	2002	Air quality – Approach to uncertainty estimation for ambient air reference measurement methods.
ISO 5725	1994	Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results (All parts).
ISO 6142	2001	Gas analysis – Preparation of calibration gas mixtures – Gravimetric method.
ISO 6144	2002	Gas analysis – Preparation of calibration gas mixtures – Static volumetric method.
ISO 6145		Gas analysis – Preparation of calibration gas mixtures – Dynamic volumetric method (All parts).
ISO 16017-2	2002	Indoor, ambient and workplace air – Sampling and analysis of volatile organic compounds by sorbent tube / thermal Desorption / capillary gas chromatography – Part 2: Diffusive sampling.

3 Begriffe

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 Probenahmapparatur desorbierten Analytmasse zur vorgegebenen Masse [EN 838:1995].

3.3

Diffusionssammler

ein Gerät, das Gasproben aus der Atmosphäre entnimmt, wobei die Geschwindigkeit durch einen physikalischen Vorgang wie Gasdiffusion durch eine statische Luftschicht oder ein poröses Material und/oder Permeation durch eine Membran bestimmt wird. Hierbei wird eine aktive Luftbewegung durch das Gerät ausgeschlossen.

ANMERKUNG 1 Aktiv bezieht sich üblicherweise auf die Bewegung der Luft mit einer Pumpe

ANMERKUNG 2 Diese Definition unterscheidet sich von der in EN 838:1995 durch den Zusatz „oder ein poröses Material“.

3.4

Diffusionsaufnahme

die Geschwindigkeit mit der der Diffusionssammler ein spezifische Gas aus der Atmosphäre sammelt, ausgedrückt in Picogramm je Parts per billion¹) je Minute (pg ppb⁻¹ min⁻¹) oder Kubikzentimeter je Minute (cm³ min⁻¹)

ANMERKUNG 1 pg ppb⁻¹ min⁻¹ ist äquivalent zu ng ppm⁻¹ min⁻¹.

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

ANMERKUNG 2 Diese Definition unterscheidet sich von der in EN 838:1995 durch den Zusatz „Picogramm je Parts per billion“ statt „Nanogramm je Parts per million“. Die Ausdrücke sind numerisch dieselben, aber Außenluftkonzentrationen liegen üblicherweise im ppb-Bereich.

3.5

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.

3.6

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]

3.7

Standardunsicherheit

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

3.8

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 Verfahrensbeschreibung

4.1 Grundlagen

Ein Diffusionssammler wird für eine bestimmte Zeitdauer der Luft ausgesetzt [EN 16017-2]. Die Probenahmerate wird vorher durch Kalibrieren mit einem Prüfgas (4.2.5) bestimmt. Das gasförmige Benzol diffundiert in das Rohr und wird auf dem Sorbens gesammelt. Das gesammelte Gas (auf jedem Rohr) wird durch Hitze desorbiert und unter Inertgas in einen Gaschromatographen mit Kapillarsäule und Flammenionisationsdetektor oder einem anderen geeigneten Detektor geführt, wo es analysiert wird. Die Analyse wird kalibriert durch Aufgabe von Flüssigkeit oder Gas auf ein Sorptionsrohr oder durch Vergleichsmessungen im Feld.

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

4.2 Reagenzien und Materialien

Zur Analyse dürfen nur Reagenzien bekannter Reinheit verwendet werden.

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

4.2.1 Benzol

Benzol wird als Reagens zum Kalibrieren benötigt, entweder zur Aufgabe von Flüssigkeit (4.2.7) oder Gas (4.2.6) auf Sorptionsrohre.

4.2.2 Verdünnungslösemittel

Zum Herstellen von Kalibriermischungen für die Aufgabe von Lösung (4.2.7) wird ein Verdünnungslösemittel benötigt, das chromatographische Reinheit aufweisen sollte. Es darf keine Verbindungen enthalten, die mit Benzol zusammen eluieren.

ANMERKUNG Häufig wird Methanol verwendet. Andere Lösemittel können verwendet werden, wenn sie nicht bei der gaschromatographischen Analyse durch Ko-elution oder durch Ändern der Detektorempfindlichkeit stören.

4.2.3 Sorbenzien

Eine Partikelgröße von 0,18 mm bis 0,25 mm (60 mesh bis 80 mesh) wird empfohlen. Partikelgrößen über 0,18 mm bis 0,25 mm dürfen verwendet werden. Kleinere Partikelgrößen werden wegen Problemen mit dem Rückdruck nicht empfohlen. Vor dem Packen der Rohre sollte jedes Sorbens durch Ausheizen über Nacht unter Inertgas auf mindestens 25 °C unter die veröffentlichte Maximaltemperatur für dieses Sorbens vorkonditioniert werden. Um Rekontamination der Sorbenzien zu vermeiden, müssen diese beim Abkühlen auf Raumtemperatur, bei der Lagerung und beim Packen der Rohre unter reiner Atmosphäre gehalten werden. Für die meisten Sorbenzien sind vom Hersteller vorgepackte Rohre im Handel erhältlich und benötigen daher nur eine Konditionierung.

ANMERKUNG Eine Beschreibung von Sorbenzien findet sich in Anhang B; eine Anleitung zur Auswahl von Sorbenzien zeigt Anhang C. Äquivalente Sorbenzien können verwendet werden. Eine Anleitung zum Konditionieren des Sorbens und analytische Desorptionsparameter gibt Anhang D wieder.

4.2.4 Kalibrierstandards

Kalibrierstandards werden vorzugsweise durch Beladen der benötigten Menge an Benzol aus Prüfgasen auf die Sorptionsrohre (siehe 4.2.6) hergestellt, da diese Vorgehensweise der Probenahme in der Praxis am nächsten kommt.

Sollte diese Vorgehensweise nicht praktikabel sein, können die Standards durch Beladen mit einer Flüssigkeit (siehe 4.2.7) hergestellt werden, wenn die Genauigkeit der Zugabetechnik entweder

- a) durch Anwendung von Verfahren nachgewiesen wurde, die Zugabemengen ergeben, die vollständig auf Primärstandards der Masse und/oder des Volumens rückführbar sind, oder
- b) durch Vergleich mit Referenzmaterialien (falls verfügbar), durch Standards, die aus Prüfgasen hergestellt wurden oder durch Vergleich mit Referenzmessverfahren bestätigt wurde.

4.2.5 Prüfgase

Prüfgase mit bekannten Benzolkonzentrationen werden nach einem anerkannten Verfahren hergestellt. Geeignet sind die Verfahren, die in ISO 6142, 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, müssen die Konzentrationen mit einem unabhängigen Verfahren überprüft werden.

4.2.6 Standardsorptionsrohre, mit Prüfgasen beladen

Beladene Sorptionsrohre werden hergestellt, indem das Sorptionsrohr für eine geeignete Zeitdauer einem Prüfgas ausgesetzt wird. Nach dem Beladen wird das Rohr verschlossen. Für jede Probenahmeserie sind neue Standards herzustellen, deren Benzolgehalte einem Konzentrationsbereich von $0,5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ bis $50 \mu\text{g}/\text{m}^3$ entsprechen.

4.2.7 Herstellen von Standardlösungen für die Aufgabe von Flüssigkeiten

4.2.7.1 Lösung mit einer Benzolkonzentration von ungefähr $100 \mu\text{g}/\text{m}\ell$

Ein 100-m ℓ -Messkolben wird ausgewogen, dann werden ungefähr 75 m ℓ Verdünnungslösemittel in den 100-m ℓ -Messkolben zugegeben. Danach werden ungefähr 10 mg Benzol in den Kolben eingewogen. Mit Verdünnungslösemittel wird auf 100 m ℓ 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 verwendeten Apparatur ($k=2$) weniger als $\pm 70 \mu\text{g}$ betragen.

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

4.2.7.2 Lösung mit eine Benzolkonzentration von ungefähr $50 \mu\text{g}/\text{m}\ell$

30 m ℓ Verdünnungslösemittel werden in einen ausgewogenen 100-m ℓ -Messkolben gegeben. 50 m ℓ der Lösung 4.2.7.1 werden eingewogen. Mit Verdünnungslösemittel wird auf 100 m ℓ aufgefüllt; der Kolben wird verschlossen, gewogen und durch Schütteln gemischt.

4.2.7.3 Lösung mit eine Benzolkonzentration von ungefähr $10 \mu\text{g}/\text{m}\ell$

50 m ℓ Verdünnungslösemittel werden in einen ausgewogenen 100-m ℓ -Messkolben gegeben. 20 m ℓ der Lösung 4.2.7.2 werden eingewogen. Mit Verdünnungslösemittel wird auf 100 m ℓ aufgefüllt; der Kolben wird verschlossen, gewogen und durch Schütteln gemischt.

4.2.7.4 Lösung mit eine Benzolkonzentration von ungefähr $5 \mu\text{g}/\text{m}\ell$

50 m ℓ Verdünnungslösemittel werden in einen ausgewogenen 100-m ℓ -Messkolben gegeben. 10 m ℓ der Lösung 4.2.7.2 werden eingewogen. Mit Verdünnungslösemittel wird auf 100 m ℓ aufgefüllt; der Kolben wird verschlossen, gewogen und durch Schütteln gemischt.

4.2.7.5 Lösung mit einer Benzolkonzentration von ungefähr 1 µg/ml

50 ml Verdünnungslösemittel werden in einen ausgewogenen 100-ml-Messkolben gegeben. 10 ml der Lösung 4.2.7.3 werden eingewogen. Mit Verdünnungslösemittel wird auf 100 ml aufgefüllt; der Kolben wird verschlossen, gewogen und durch Schütteln gemischt.

4.2.8 Stabilität der Kalibriermischungen

Frische Standards sollten wöchentlich, bei Anzeichen von Zersetzung häufiger angesetzt werden.

4.2.9 Standardsorptionsrohre, mit Flüssigkeit beladen

Beladene Sorptionsrohre werden hergestellt, indem Aliquots von Kalibrierlösungen auf saubere Sorptionsrohre folgendermaßen injiziert werden: Ein Sorptionsrohr wird an ein T-Stück, dessen eines Ende mit einem Septum versehen ist, oder an die Injektionseinheit des Gaschromatographen angeschlossen, durch das ein inertes Spülgas mit einem Volumenstrom 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. Für jede Probenahmeserie sind frische Standards herzustellen.

ANMERKUNG Bei Methanol wurde festgestellt, dass bei Tenax als Sorbens ein Spülgasstrom von 100 ml/min und eine Spüldauer von 5 min geeignet sind, den größten Teil des Verdünnungslösemittels aus dem Rohr zu entfernen. Wenn andere Verdünnungslösemittel und Sorbenzien verwendet werden, sind die Bedingungen experimentell zu überprüfen.

4.3 Geräte

Übliche Laboratoriumsgeräte sowie

4.3.1 Sorptionsrohre

Die Rohre müssen zur verwendeten Thermodesorptionsapparatur (4.3.8) passen. Üblicherweise – aber nicht ausschließlich – sind es Rohre aus nicht rostendem Edelstahl mit Außendurchmesser von 6,3 mm (¼ inch), Innendurchmesser von 5 mm und einer Länge von 89 mm. Rohre anderer Maße können verwendet werden, allerdings beruhen die sicheren Probenahmevolumina (SSV) in Anhang A auf diesen Rohrmaßen. Ein Ende des Rohres ist z.B. mit einem eingeritzten Ring etwa 10 mm vom Probeneinlass markiert. Die Rohre werden mit vorkonditioniertem Sorbens so gefüllt, dass sich das Sorbensbett in der beheizten Zone des Desorbers befindet und vom markierten Ende (Diffusionseingang) ein Abstand von etwa 14 mm eingehalten wird.

ANMERKUNG Die Aufnahmezeiten in Anhang A gelten für Rohre mit einem nominalen Luftpolster von 15 mm. In der Praxis schwanken die Rohrabmessungen; Rohre, bei denen die Länge des Luftpolsters (zwischen dem Sieb aus nicht rostendem Edelstahl, das das Sorbensbett fixiert, und dem Rohrende) außerhalb des Bereiches von 14,0 mm bis 14,6 mm liegt, sollten nicht verwendet werden.

Die Rohre enthalten je nach Dichte des Sorbens 200 mg bis 1000 mg Sorbens – typischerweise etwa 250 mg poröses Polymer oder 500 mg Kohlenstoffmolekularsieb oder graphitisierten Kohlenstoff. Die Sorbenzien werden durch ein Sieb aus nicht rostendem Stahl am Diffusionsende und einen Pfropfen aus nicht-silanisierter Glaswolle und/oder einem zweiten Sieb aus nicht rostendem Stahl am anderen Ende fixiert.

4.3.2 Endkappen für die Sorptionsrohre

Die Rohre müssen entsprechend den Anforderungen nach EN 838 oder äquivalent verschlossen werden, z.B. mit metallenen Schraubkappen mit PTFE-Dichtungen.

4.3.3 Endkappen für die Sorptionsrohre bei der Probenahme

Die Endkappe ähnelt der in 4.3.2, erlaubt jedoch das Eindringen durch ein Metallsieb. Die Öffnungsweite ist genau so groß wie der Querschnitt des Rohres.

Einige Fabrikate an Endkappen besitzen eine Siliconmembran neben dem Sieb.