

DIN EN ISO 22065

ICS 13.040.30

Einsprüche bis 2018-06-20
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 1076:2010-04

Entwurf

**Arbeitsplatzatmosphäre –
Verfahren zur Messung von Gasen und Dämpfen mit pumpenbetriebenen
Probenahmeeinrichtungen –
Anforderungen und Prüfverfahren (ISO/DIS 22065:2018);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 22065:2018**

Workplace air –

Procedures for measuring gases and vapours using pumped samplers –

Requirements and test methods (ISO/DIS 22065:2018);

German and English version prEN ISO 22065:2018

Air des lieux de travail –

Procédures pour le mesurage des gaz et vapeurs à l'aide de dispositifs de prélèvement par pompage –

Exigences et méthodes d'essai (ISO/DIS 22065:2018);

Version allemande et anglaise prEN ISO 22065:2018

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2018-04-20 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und
Stellungnahme vorgelegt.

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

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nasg@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Sicherheitstechnische Grundsätze (NASG), 10772 Berlin, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten
Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 99 Seiten

DIN-Normenausschuss Sicherheitstechnische Grundsätze (NASG)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 22065:2018) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 146 „Air quality“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 137 „Bewertung der chemischen und biologischen Stoffbelastung am Arbeitsplatz“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 095-03-01 AA „Messstrategien und Anforderungen an Messverfahren“ im DIN-Normenausschuss Sicherheitstechnische Grundsätze (NASG).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 3534-1:2006	siehe DIN ISO 3535-1:2009-10
ISO 6141	siehe DIN EN ISO 6141
ISO 6143	siehe DIN EN ISO 6143
ISO 6144	siehe DIN EN ISO 6144
ISO 6145-1	siehe DIN EN ISO 6145-1
ISO 6145-4	siehe DIN EN ISO 6145-4
ISO 6145-6	siehe DIN EN ISO 6145-6
ISO 6145-10	siehe DIN EN ISO 6145-10
ISO 8655-2	siehe DIN EN ISO 8655-2
ISO 8655-6	siehe DIN EN ISO 8655-6
ISO 9169	siehe DIN EN ISO 9169
ISO 13137:2013	siehe DIN EN ISO 13137:2014-03
ISO 14912	siehe DIN EN ISO 14912
ISO 21748	siehe DIN ISO 21748

Änderungen

Gegenüber DIN EN 1076:2010-04 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Normtitel geringfügig geändert;
- b) zusätzlicher Absatz zu Störeinflüssen in 6.1 aufgenommen;
- c) Unterabschnitt 6.2.6 zur Gebrauchsanleitung überarbeitet;
- d) Unterabschnitte 7.3 und 8.3 teilweise neu abgefasst;
- e) neuer Anhang B zur Verfahrensvalidierung ergänzt;
- f) Norm redaktionell überarbeitet.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 6141, *Gasanalyse — Inhalte von Zertifikaten für Kalibriergasgemische*

DIN EN ISO 6143, *Gasanalyse — Vergleichsverfahren zur Bestimmung und Überprüfung der Zusammensetzung von Kalibriergasgemischen*

DIN EN ISO 6144, *Gasanalyse — Herstellung von Prüfgasen — Volumetrisch-statistisches Verfahren*

DIN EN ISO 6145-1, *Gasanalyse — Herstellung von Kalibriergasgemischen mit Hilfe von dynamisch-volumetrischen Verfahren — Teil 1: Kalibrierverfahren*

DIN EN ISO 6145-4, *Gasanalyse — Herstellung von Kalibriergasgemischen mit Hilfe von dynamisch-volumetrischen Verfahren — Teil 4: Kontinuierliches Spritzen-Injektionsverfahren*

DIN EN ISO 6145-6, *Gasanalyse — Herstellung von Kalibriergasgemischen mit Hilfe von dynamisch-volumetrischen Verfahren — Teil 6: Kritische Düsen*

DIN EN ISO 6145-10, *Gasanalyse — Herstellung von Kalibriergasgemischen mit Hilfe von dynamisch-volumetrischen Verfahren — Teil 10: Permeationsverfahren*

DIN EN ISO 8655-2, *Volumenmessgeräte mit Hubkolben — Teil 2: Kolbenhubpipetten*

DIN EN ISO 8655-6, *Volumenmessgeräte mit Hubkolben — Teil 6: Gravimetrische Prüfverfahren zur Bestimmung der Messabweichung*

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

DIN EN ISO 13137:2014-03, *Arbeitsplatzatmosphäre — Pumpen für die personenbezogene Probenahme von chemischen und biologischen Arbeitsstoffen — Anforderungen und Prüfverfahren (ISO 13137:2013); Deutsche Fassung EN ISO 13137:2013*

DIN EN ISO 14912, *Gasanalyse — Umrechnung von Zusammensetzungsangaben für Gasgemische*

DIN ISO 3535-1:2009-10, *Statistik — Begriffe und Formelzeichen — Teil 1: Wahrscheinlichkeit und allgemeine statistische Begriffe (ISO 3534-1:2006); Text Deutsch und Englisch*

DIN ISO 21748, *Leitfaden zur Verwendung der Schätzwerte der Wiederholpräzision, der Vergleichpräzision und der Richtigkeit beim Schätzen der Messunsicherheit*

— Leerseite —

Arbeitsplatzatmosphäre — Verfahren zur Messung von Gasen und Dämpfen mit pumpenbetriebenen Probenahmeeinrichtungen — Anforderungen und Prüfverfahren (ISO/DIS 22065:2018)

Air des lieux de travail — Procédures pour le mesurage des gaz et vapeurs à l'aide de dispositifs de prélèvement par pompage — Exigences et méthodes d'essai (ISO/DIS 22065:2018)

Workplace air — Procedures for measuring gases and vapours using pumped samplers — Requirements and test methods (ISO/DIS 22065:2018)

ICS:

Deskriptoren:

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

STD Version 2.9d

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Symbole und Abkürzungen	8
5 Sammlertypen	9
6 Anforderungen	9
6.1 Allgemeines	9
6.2 Anforderungen an die Sammler	10
6.2.1 Strömungswiderstand	10
6.2.2 Dichtigkeitsprüfung der Sammler (für Typ B-Sammler)	10
6.2.3 Lagerbeständigkeit	11
6.2.4 Probenkennzeichnung	11
6.2.5 Kennzeichnung	11
6.2.6 Gebrauchsanleitung	12
6.3 Anforderungen an das Messverfahren	12
6.3.1 Anforderungen an die Probenahme	12
6.3.2 Anforderungen an das Analyseverfahren	13
6.3.3 Erweiterte Messunsicherheit	13
6.3.4 Beschreibung des Verfahrens	14
7 Allgemeine Prüfbedingungen	15
7.1 Reagenzien	15
7.2 Geräte	15
7.3 Prüfgas	15
7.3.1 Herstellung	15
7.3.2 Bestimmung der Massenkonzentration	16
7.3.3 Unabhängiges Verfahren	16
8 Prüfverfahren	17
8.1 Allgemeines	17
8.2 Prüfverfahren für Sammler	17
8.2.1 Strömungswiderstand	17
8.2.2 Dichtigkeitsprüfung der Sammler (für Typ B-Sammler)	17
8.2.3 Lagerbeständigkeit (für Typ A-Sammler mit imprägnierten Trägermaterialien)	18
8.2.4 Probenkennzeichnung	18
8.2.5 Kennzeichnung	18
8.2.6 Gebrauchsanleitung	18
8.3 Prüfverfahren des Messverfahrens	18
8.3.1 Bestimmung der empfohlenen Probenahmebedingungen	18
8.3.2 Prüfverfahren des Analyseverfahrens	21
8.3.3 Wiederfindungsrate des Verfahrens und Präzision des Verfahrens	23
8.4 Messfehler	25

8.4.1	Identifizierung der zufälligen und nicht zufälligen Unsicherheitskomponenten	25
8.4.2	Abschätzung der individuellen Unsicherheitskomponenten	25
8.4.3	Berechnung der erweiterten Messunsicherheit	27
9	Prüfbericht.....	27
Anhang A (informativ) Beispiele für die Bestimmung des Durchbruchvolumens.....		28
A.1	Direktes Verfahren	28
A.1.1	Geräte.....	28
A.1.2	Bestimmung.....	28
A.2	Chromatographisches Verfahren	28
A.2.1	Allgemeines	28
A.2.2	Geräte.....	28
A.2.3	Verfahren.....	29
A.2.4	Korrigiertes Retentionsvolumen.....	29
A.2.5	Berechnung.....	29
Anhang B (informativ) Experimente für die Validierung des Verfahrens.....		30
Anhang C (informativ) Abschätzung des Messfehlers.....		32
C.1	Allgemeines	32
C.2	Unsicherheit in Zusammenhang mit dem Probeluftvolumen.....	32
C.2.1	Unsicherheitsquellen	32
C.2.2	Messung des Durchflusses	32
C.2.3	Stabilität des Pumpendurchsatzes.....	33
C.2.4	Probenahmedauer	33
C.3	Unsicherheit in Zusammenhang mit dem Probenahmewirkungsgrad	34
C.4	Unsicherheit in Zusammenhang mit der Lagerung und dem Transport der Probe	34
C.5	Unsicherheit in Zusammenhang mit der Wiederfindungsrate des Verfahrens	35
C.5.1	Allgemeines	35
C.5.2	Wiederfindungsrate des Analyseverfahrens.....	35
C.5.3	Systematische Messabweichung des Verfahrens.....	36
C.5.4	Referenzkonzentration	37
C.5.5	Einfluss der Feuchte	37
C.5.6	Einfluss der Temperatur.....	38
C.6	Unsicherheit in Zusammenhang mit der Variabilität des Verfahrens.....	38
C.6.1	Allgemeines	38
C.6.2	Präzision des Verfahrens.....	39
C.6.3	Konzentration der Kalibrierlösungen	40
C.6.4	Kalibrierfunktion	40
C.6.5	Verdünnung der Probenlösungen (sofern zutreffend)	40
C.6.6	Messgerätedrift der Anzeige	41
C.6.7	Analytische Präzision.....	41
C.7	Berechnung der kombinierten Standardunsicherheit.....	42
C.7.1	Zufällige und nicht zufällige Komponenten der Unsicherheit bei der Probenahme und der Unsicherheit bei der Analyse	42
C.7.2	Kombinierte Standardunsicherheit und erweiterte Messunsicherheit.....	43
Anhang D (Informativ) Beispiel für die Abschätzung der erweiterten Messunsicherheit.....		44
Literaturhinweise.....		48

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 22065:2018) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 146 „Air quality“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 137 „Bewertung der chemischen und biologischen Stoffbelastung am Arbeitsplatz“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 22065:2018 wurde von CEN als prEN ISO 22065:2018 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Themen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Eine Erläuterung zum freiwilligen Charakter von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT) berücksichtigt, enthält der folgende Link: www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 146, *Air quality*, Unterkomitee SC 2, *Workplace atmospheres* in Zusammenarbeit mit CEN/TC 137, *Bewertung der chemischen und biologischen Stoffbelastung am Arbeitsplatz* erarbeitet.

Diese Internationale Norm basiert auf EN 1076:2009, die vom Europäischen Komitee für Normung (CEN) veröffentlicht wurde.

Einleitung

Diese Internationale Norm liefert einen Rahmen für die Beurteilung der Leistungsfähigkeit von Verfahren für die Messung von Gasen und Dämpfen in Abhängigkeit von den allgemeinen Anforderungen an die Leistungsfähigkeit von Verfahren zur Messung chemischer Arbeitsstoffe in Arbeitsplatzatmosphären, wie in ISO 20581 festgelegt. Sie ermöglicht Herstellern und Anwendern von pumpenbetriebenen Probenahme-einrichtungen (im Folgenden als „Sammler“ bezeichnet) und Entwicklern und Anwendern der Messverfahren für Gase und Dämpfe eine einheitliche Herangehensweise an die Verfahrensvalidierung (siehe Anhang B).

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt Anforderungen an die Leistungsfähigkeit und Prüfverfahren für die Evaluierung von pumpenbetriebenen Sammlern unter vorgegebenen Laborbedingungen fest, die in Verbindung mit einer Luftsammelpumpe verwendet werden, sowie Verfahren, die diese Sammler zur Bestimmung von Gasen und Dämpfen in der Arbeitsplatzatmosphäre verwenden.

ANMERKUNG Für die Probenahme von schwerflüchtigen Verbindungen, die als Dampfgemische und in Form von luftgetragenen Partikeln in Arbeitsplatzatmosphären auftreten können, siehe EN 13936.

Diese Internationale Norm gilt für pumpenbetriebene Sammler und Messverfahren, die diese Sammler, bei denen Probenahme und Analyse in getrennten Schritten vorgenommen werden, verwenden.

Diese Internationale Norm ist auf Folgendes nicht anwendbar:

- pumpenbetriebene Sammler, die zur direkten Konzentrationsbestimmung verwendet werden, z. B. Prüfröhrchen mit Längenanzeige;
- Sammler, deren Funktionsweise auf Sorption in einer Flüssigkeit und anschließender Analyse der Lösung beruht (Gaswaschflaschen).

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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 8655-2, *Piston-operated volumetric apparatus — Part 2: Piston pipettes*

ISO 8655-6, *Piston-operated volumetric apparatus — Part 6: Gravimetric methods for the determination of measurement error*

ISO 13137:2013, *Workplace atmospheres — Pumps for personal sampling of chemical and biological agents — Requirements and test methods*

ISO 18158, *Workplace air — Terminology*

ISO 20581, *Workplace air — General requirements for the performance of procedures for the measurement of chemical agents*

EN 838, *Exposition am Arbeitsplatz — Messung von Gasen und Dämpfen mit Diffusionssammlern — Anforderungen und Prüfverfahren*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 18158.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- IEC Electropedia: unter <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online Browsing Platform: unter <http://www.iso.org/obp>

4 Symbole und Abkürzungen

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Symbole und Abkürzungen.

ANMERKUNG Siehe 8.4 und Anhang C für Symbole und Abkürzungen, die nur in Zusammenhang mit der Messunsicherheit angewendet werden.

CRM zertifiziertes Referenzmaterial

LV Grenzwert

m_{a1} Masse an Analyt, die von dem unbeladenen Röhrchen desorbiert wurde, in Mikrogramm (μg)

m_{a2} Masse an Analyt, die von dem beladenen Röhrchen desorbiert wurde, in Mikrogramm (μg)

$m_{a,lt}$ höchste zulässige Massenaufnahmerate an Analyt bei einer mit einem versiegelten Sammler für Vergleichsmessungen mit einem Langzeitgrenzwert durchgeführten Dichtigkeitsprüfung, in Milligramm (mg)

$m_{a,st}$ höchste zulässige Massenaufnahmerate an Analyt bei einer mit einem versiegelten Sammler für Vergleichsmessungen mit einem Kurzzeitgrenzwert durchgeführten Dichtigkeitsprüfung, in Milligramm (mg)

$\dot{m}_1$ Massenverlust des Permeationsröhrchens, in Mikrogramm je Minute ($\mu\text{g} \cdot \text{min}^{-1}$)

M_a molare Masse des Analyten, in Gramm je Mol ($\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$)

n Anzahl der Wiederholproben

p_{at} tatsächlicher Druck der beprobten Prüfatmosphäre, in Kilopascal (kPa)

R_{me} Wiederfindungsrate des Verfahrens

R_{an} Wiederfindungsrate des Analyseverfahrens

RH relative Feuchte der beprobten Prüfatmosphäre, in Prozent (%)

t_H Verweilzeit einer nicht zurückgehaltenen Substanz, in Minuten (min)

t_s Probenahmedauer, in Minuten (min)

T_{at} Temperatur der beprobten Prüfatmosphäre, in Kelvin (K)

V_{at} Volumen der beprobten Prüfatmosphäre, in Liter (l)

V_H Gas-(Dampf-)Verweilvolumen (Totvolumen), in Liter (l)

V_R unkorrigiertes Retentionsvolumen, in Liter (l)

$(V_R)'$ korrigiertes Retentionsvolumen, in Liter (l)

$\dot{v}$ Durchfluss in die Expositions-kammer, z. B. in Litern je Minute ($\text{l} \cdot \text{min}^{-1}$)

v_a Luftvolumenstrom durch das Luftprobenahmegerät, z. B. in Litern je Minute ($\text{l} \cdot \text{min}^{-1}$)

β_a Massenkonzentration des Analyten im Prüfgas, in Milligramm je Kubikmeter ($\text{mg} \cdot \text{m}^{-3}$)

$\bar{\beta}_{a,R}$	mittlere Massenkonzentration des in der Prüfatmosphäre wiedergefundenen Analyten, in Milligramm je Kubikmeter ($\text{mg} \cdot \text{m}^{-3}$)
β_{cg}	Massenkonzentration des Prüfgasgemisches, in Milligramm je Kubikmeter ($\text{mg} \cdot \text{m}^{-3}$)
ϑ_{at}	Temperatur der beprobten Prüfatmosphäre, in Grad Celsius ($^{\circ}\text{C}$)
K_v	Variationskoeffizient (CV) ¹⁾
$\rho_{LV,lt}$	Langzeitgrenzwert, angegeben als Konzentration in Milligramm je Kubikmeter ($\text{mg} \cdot \text{m}^{-3}$)
$\rho_{LV,st}$	Kurzzeitgrenzwert, angegeben als Konzentration in Milligramm je Kubikmeter ($\text{mg} \cdot \text{m}^{-3}$)
ϕ_a	Volumenanteil des Analyten, in Mikroliter je Liter ($\mu\text{l} \cdot \text{l}^{-1}$)

5 Sammlertypen

Sammler für Gase und Dämpfe können in Typ A- und Typ B-Sammler unterteilt werden:

Typ A-Sammler beruhen auf der Sorption eines mit einem Reagens imprägnierten Sammelsubstrats. Das Sammelsubstrat wird immer mit einem Lösemittel desorbiert und anschließend analysiert.

Typ B-Sammler beruhen auf der Sorption an einer festen Phase, der thermischen Desorption, und einer anschließenden Analyse des Desorbats.

6 Anforderungen

6.1 Allgemeines

Falls für die Messung eines bestimmten chemischen Arbeitsstoffes kein Verfahren existiert, das die Anforderungen dieser Internationalen Norm erfüllt, sollte ein Verfahren angewendet werden, dessen Leistungsfähigkeit den festgelegten Anforderungen am ehesten entspricht.

Einige Anforderungen (siehe 6.2) müssen für jeden Typ des Sammlers einmal verifiziert werden. Andere Anforderungen (siehe 6.3) müssen für jede Kombination von Sammler und chemischem Arbeitsstoff verifiziert werden.

Es liegt in der Verantwortung des Herstellers, die in 6.2 festgelegten Anforderungen einzuhalten. Es liegt auch in der Verantwortung des Herstellers oder des Entwicklers des Messverfahrens, die in 6.3 festgelegten Anforderungen einzuhalten, wenn die Verwendung eines Sammlers für die Messung eines einzelnen Gases oder Dampfes gefordert wird.

Bekannte oder vermutete Störeinflüsse sind nach 6.3.4.1 zu notieren. Die Ergebnisse von Prüfungen zur Bewertungen von Störeinflüssen sind, einschließlich geeigneter und ausreichender Informationen zur Minimierung dieses Einflusses, im Verfahrensbericht nach 6.3.4.2 anzugeben.

ANMERKUNG Für den Einfluss von störenden Komponenten (mit Ausnahme von Wasserdampf) können keine sinnvollen Leistungsanforderungen angegeben werden. Der Einfluss von störenden Komponenten lässt sich bei einem nicht idealen Sorptionsmittel ohne die Daten der Adsorptionsisotherme bei Mischsystemen nur schwer vorhersagen. Die Daten sind in der Regel nicht verfügbar.

1) Der Vorgängerbegriff „relative Standardabweichung“ ist veraltet und wird nicht mehr verwendet. Siehe auch ISO 3534-1:2006, 2.38, Anmerkung 2.

6.2 Anforderungen an die Sammler

6.2.1 Strömungswiderstand

Bei der Prüfung nach 8.2.1 müssen mindestens 95 % der Sammler eine Druckdifferenz aufweisen, die unterhalb des in Tabelle 1 angegebenen angemessenen Höchstwertes liegt. Mindestens 20 Sammler müssen geprüft werden.

ANMERKUNG Typische Druckdifferenzwerte für Typ A-Sammler und Typ B-Sammler sind in [1] angegeben.

Tabelle 1 — Maximale Druckdifferenzen

Sammlertyp	Maximale Druckdifferenz kPa
Typ A (Lösemitteldesorption)	≤ 10
Typ B (thermische Desorption)	$\leq 3,5$

6.2.2 Dichtigkeitsprüfung der Sammler (für Typ B-Sammler)

Bei der Prüfung nach 8.2.2 muss bei Substanzen mit einem Langzeitgrenzwert die höchste Undichtigkeit kleiner sein als $m_{a,lt}$; d. h. die höchste zulässige Massenaufnahmerate an Analyt im Vergleich zum Blindwert des Sammlers (siehe 6.3.2.3). Die Massenaufnahme ist wie folgt nach Gleichung (1), in Milligramm (mg), zu berechnen:

$$m_{a,lt} = \frac{1}{3} (0,1 \rho_{LV,lt} \times 240 \times 0,01 \times 10^{-3}) \quad (1)$$

Dabei ist

- $m_{a,lt}$ die höchste zulässige Massenaufnahmerate an Analyt bei einer mit einem versiegelten Sammler für Vergleichsmessungen mit einem Langzeitgrenzwert durchgeführten Dichtigkeitsprüfung;
- $\rho_{LV,lt}$ der Langzeitgrenzwert der Substanz, angegeben als Konzentration in Milligramm je Kubikmeter ($\text{mg} \cdot \text{m}^{-3}$);
- 240 die Referenzzeitspanne, in Minuten (min);
- 0,01 der Nenn-Minstdurchfluss für Typ B-Sammler, in Liter je Minute ($\text{l} \cdot \text{min}^{-1}$);
- 10^{-3} ein zur Umrechnung des Nenn-Minstdurchflusses von Liter je Minute (l/min) in Kubikmeter je Minute ($\text{m}^3 \cdot \text{min}^{-1}$) eingesetzter Faktor;
- $1/3$ ein zur Berechnung der höchsten zulässigen Undichtigkeit eingesetzter Faktor.

Bei der Prüfung nach 8.2.2 muss bei Substanzen mit einem Kurzzeitgrenzwert die höchste Undichtigkeit kleiner sein als $m_{a,st}$; d. h. die höchste zulässige Massenaufnahmerate an Analyt im Vergleich zum Blindwert des Sammlers (siehe 6.3.2.3). Die Massenaufnahme ist wie folgt nach Gleichung (2), in Milligramm (mg), zu berechnen:

$$m_{a,st} = \frac{1}{3} (0,5 \rho_{LV,st} \times 15 \times 0,01 \times 10^{-3}) \quad (2)$$

Dabei ist

- $m_{a,st}$ die höchste zulässige Massenaufnahmerate an Analyt bei einer mit einem versiegelten Sammler für Vergleichsmessungen mit einem Kurzzeitgrenzwert durchgeführten Dichtigkeitsprüfung;
- $\rho_{LV,st}$ der Kurzzeitgrenzwert der Substanz, angegeben als Konzentration in Milligramm je Kubikmeter ($\text{mg} \cdot \text{m}^{-3}$);
- 15 die Referenzzeitspanne, in Minuten (min);
- 0,01 der Nenn-Minstdurchfluss für Typ B-Sammler, in Liter je Minute ($\text{l} \cdot \text{min}^{-1}$);
- 10^{-3} ein zur Umrechnung des Nenn-Minstdurchflusses von Liter je Minute ($\text{l} \cdot \text{min}^{-1}$) in Kubikmeter je Minute ($\text{m}^3 \cdot \text{min}^{-1}$) eingesetzter Faktor;
- $1/3$ ein zur Berechnung der höchsten zulässigen Undichtigkeit eingesetzter Faktor.

6.2.3 Lagerbeständigkeit

Der Hersteller muss die Lagerbeständigkeit des Sammlers festlegen, sofern dieser in der Originalverpackung gelagert wird. Während dieser Zeit muss der Sammler alle Anforderungen erfüllen.

6.2.4 Probenkennzeichnung

Sammler sind eindeutig zu kennzeichnen, z. B. durch einen geeigneten Bereich für die Probenkennzeichnung durch den Anwender.

6.2.5 Kennzeichnung

Sammler müssen mindestens mit dem Folgenden gekennzeichnet werden:

- Name des Herstellers,
- Produktkennzeichnung einschließlich Chargenkennzeichnung, wenn vorhanden,
- Richtungsangabe des Luftdurchflusses, falls erforderlich,
- Identifizierung der Charge,
- Lagerbeständigkeit (gegebenenfalls) und
- Nummer dieser Internationalen Norm.

Falls dies aus Platzgründen nicht anders möglich ist, darf die Kennzeichnung auf der Verpackung des Sammlers angebracht werden. Mindestens die Produktkennzeichnung, die Chargenkennzeichnung, wenn vorhanden, und die Richtung des Luftdurchflusses müssen jedoch auf dem Sammler angegeben werden.

6.2.6 Gebrauchsanleitung

Die Gebrauchsanleitung, die mit dem Sammler geliefert wird, muss in der Sprache/den Sprachen des Landes abgefasst sein, in dem der Sammler auf den Markt gebracht wird. Sie muss mindestens die folgenden Angaben enthalten:

- a) vorgesehene Anwendung (allgemeiner Verwendungszweck für eine Anzahl von Gasen und Dämpfen oder spezifischer Verwendungszweck für ein bestimmtes Gas oder einen bestimmten Dampf, siehe 6.1),
- b) Gewährleistung, dass der Blindwert, wenn dieser für ein bestimmtes Gas oder einen bestimmten Dampf erforderlich ist, die Spezifikationen erfüllt (wenn ein Blindwert von Wichtigkeit ist),
- c) Angaben zur richtigen Handhabung des Sammlers, einschließlich Angaben zum Öffnen und Verschließen,
- d) allgemeine Angaben zum Anwendungsprinzip, z. B. zum Typ des Sorptionsmittels, zur Reaktion der festen Phase mit dem Reagens, zum Desorptionsverfahren,
- e) Angaben zum Temperaturbereich, in dem der Sammler eingesetzt werden kann,
- f) Angaben zur Lagerung und zum Transport, und
- g) Angaben zu Gesundheits- oder Umweltrisiken und zum Entsorgungsverfahren.

6.3 Anforderungen an das Messverfahren

6.3.1 Anforderungen an die Probenahme

6.3.1.1 Allgemeines

Die Probenahmebedingungen (Probenvolumen, Durchfluss und Probenahmedauer) müssen entsprechend dem Grenzwert festgelegt werden, der für die interessierenden Verbindungen gilt, z. B. Kurzzeitgrenzwert, Langzeitgrenzwert oder beide.

6.3.1.2 Probenvolumen

Das empfohlene Probenvolumen sollte dem der Kapazitätsprüfung des Sammlers entsprechen (siehe 8.3.1.2).

6.3.1.3 Luftdurchfluss

6.3.1.3.1 Bestimmung des Höchstluftdurchflusses (nur für imprägnierte Filter)

Bei der Prüfung nach 8.3.1.4 muss der Höchstluftdurchfluss 90 % jenes Durchflusses betragen, bei dem das Durchbruchvolumen um 5 % abnimmt.

6.3.1.3.2 Bestimmung des Mindestluftdurchflusses (nur bei thermischer Desorption)

Ein Mindestluftdurchfluss muss entsprechend der Prüfung in 8.3.1.5 festgelegt werden.

6.3.1.4 Lagerungsbedingungen nach der Probenahme

Die Lagerungsbedingungen nach der Probenahme müssen festgelegt werden. Bei der Prüfung nach 8.3.1.6 darf der Mittelwert der Wiederfindungsrate des Verfahrens nach der Lagerung um höchstens 10 % von dem Wert vor der Lagerung abweichen.

6.3.2 Anforderungen an das Analyseverfahren

6.3.2.1 Analytische Bestimmungsgrenze

Die Bestimmungsgrenze muss kleiner oder gleich den berechneten Massen des Analyten sein, die sich für das im Messverfahren festgelegte Mindestvolumen der Luftprobe bei den folgenden Konzentrationen ergeben würden:

- 0,1 LV für Substanzen mit einem Langzeitgrenzwert,
- 0,5 LV für Substanzen nur mit einem Kurzzeitgrenzwert.

6.3.2.2 Wiederfindungsrate des Analyseverfahrens

Bei der Prüfung nach 8.3.2.2 muss die Wiederfindungsrate des Analyseverfahrens R_{an}

- für Typ A-Sammler, $R_{an} \geq 75 \%$ mit $K_v \leq 10 \%$ für jede Beladung und
- für Typ B-Sammler, $R_{an} \geq 95 \%$ mit $K_v \leq 10 \%$ für jede Beladung sein.

Die für die Wiederfindungsrate des Analyseverfahrens angegebenen Werte sind Vorgaben; niedrigere Werte dürfen verwendet werden, vorausgesetzt, dass eine gleichwertige Präzision erreicht wird.

6.3.2.3 Blindwert

Um annehmbare Werte für die Bestimmungsgrenze des Verfahrens zu erhalten, sollte der Blindwert der Probenahmemedien so niedrig wie technisch möglich sein.

Bei der Prüfung nach 8.3.2.3 muss der Blindwert kleiner sein als ein Zehntel der berechneten Masse, die vom Sammler bei empfohlener Probenahmedauer und empfohlenem Luftdurchfluss entnommen wurde und bei Konzentrationen von

- 0,1 LV für Substanzen mit einem Langzeitgrenzwert und
- 0,5 LV für Substanzen nur mit einem Kurzzeitgrenzwert.

ANMERKUNG Höhere Blindwerte können zulässig sein, vorausgesetzt, dass die Anforderung in 6.3.2.1 erfüllt ist.

Haben die Sammler einen signifikanten Blindwert und streut dieser zwischen den Chargen, muss der Blindwert regelmäßig kontrolliert werden.

Um jede Kontamination zu vermeiden, die während der Lagerung vor Gebrauch erfolgen könnte, sollten Typ B-Sammler über ein thermales Desorptionsverfahren gereinigt werden. Dieser Reinigungsvorgang sollte so zeitnah wie möglich zum Gebrauchszeitpunkt der Sammler durchgeführt werden.

6.3.3 Erweiterte Messunsicherheit

Bei der Prüfung nach 8.3 muss die nach 8.4 berechnete erweiterte Messunsicherheit den in ISO 20581 angegebenen Anforderungen entsprechen.

Die Anforderung der erweiterten Messunsicherheit muss bei 10 °C bis 40 °C und einer relativen Feuchte von 20 % bis 80 % erfüllt sein.

6.3.4 Beschreibung des Verfahrens

6.3.4.1 Anwendungsbereich des Messverfahrens

Der Anwendungsbereich des Messverfahrens muss Angaben über das Folgende geben:

- a) Prinzip des Verfahrens;
- b) durch das Messverfahren abgedeckte chemische Arbeitsstoffe;
- c) angewandte Analysentechnik;
- d) Arbeitsbereiche;
- e) chemische Arbeitsstoffe, für die das Messverfahren geeignet ist, aber noch keine vollständige Validierung nach dieser Europäischen Norm vorliegt, insbesondere Verbindungen aus der gleichen chemischen Familie oder homologen Reihe;
- f) chemische Arbeitsstoffe, für die das Messverfahren bekanntermaßen ungeeignet ist;
- g) alle bekannten Störeinflüsse.

6.3.4.2 Leistungsfähigkeit des Verfahrens

Das Messverfahren muss Angaben über die Leistungsfähigkeit des Verfahrens beinhalten, einschließlich folgendem:

- a) die chemischen Arbeitsstoffe, für die sich das Messverfahren als effektiv erwiesen hat;
- b) die Konzentrationsbereiche der chemischen Arbeitsstoffe in der Luft, das Probenvolumen und der Bereich der Umweltbedingungen, bei denen das Messverfahren den in ISO 20581 festgelegten Leistungskriterien für die erweiterte Messunsicherheit entspricht;
- c) die analytische Bestimmungsgrenze für die zu prüfenden chemischen Arbeitsstoffe;
- d) sämtliche Einzelheiten über bekannte Störeinflüsse, einschließlich geeigneter und ausreichender Angaben, wie deren Auswirkungen zu verringern sind.

6.3.4.3 Geräte und Reagenzien

Das Messverfahren muss

- a) genau angeben, dass der verwendete Sammler den Anforderungen dieser Internationalen Norm entspricht,
- b) die Anforderung enthalten, dass die zu verwendende Probenahmepumpe den Erfordernissen nach ISO 13137 entspricht und, falls erforderlich, zusätzlich geforderte Leistungsmerkmale festlegen;
- c) die Leistungsmerkmale der zu verwendenden Geräte und Prüfeinrichtungen definieren;
- d) die Qualität der zu verwendenden Reagenzien festlegen.

6.3.4.4 Sicherheitshinweise

Das Messverfahren muss geeignete und ausreichende Angaben über die Sicherheitsrisiken liefern, die mit den angewendeten Reagenzien und der Ausrüstung verbunden sind.

7 Allgemeine Prüfbedingungen

7.1 Reagenzien

Wenn möglich dürfen nur analysenreine Reagenzien verwendet werden.

7.2 Geräte

7.2.1 Prüfeinrichtungen, wie angegeben in 7.2.2 bis 7.2.7, sind zu verwenden.

7.2.2 Übliche Laborgeräte und Ressourcen

7.2.3 Ein dynamisch arbeitendes System zu Herstellung, Mischung und Bereitstellung einer bekannten Prüfgaskonzentration (siehe ISO 6145-1, ISO 6145-4 und ISO 6145-6), einschließlich mindestens:

- einer Expositions-kammer aus inertem Material wie Glas oder Polytetrafluorethylen (PTFE), durch welche die entstandene Prüfatmosphäre geleitet wird. Die Expositions-kammer muss über ein ausreichendes Volumen verfügen, um gleichzeitig sechs Prüfsammler und sechs weitere Kontroll-sammler aufzunehmen, die nach einem unabhängigen Verfahren arbeiten (siehe 7.3.3). Letztere sollten so positioniert werden, dass sie sich nicht gegenseitig stören;
- Vorkehrungen zur Messung, Regelung und Änderung des Luftdurchflusses sowie der Konzentration, Temperatur und relativen Feuchte des Prüfgases.

ANMERKUNG 1 Es ist ebenso möglich, eine kleinere Expositions-kammer zu verwenden und Wiederholexperimente durchzuführen, um mindestens sechs Datenpaare zu erhalten.

ANMERKUNG 2 Wenn aufgrund von Bedenken hinsichtlich Stabilität oder Sicherheit keine Gas- oder Dampf-atmosphären erzeugt werden können, können alternative Verfahren für die Dotierung der Proben in Erwägung gezogen werden.

7.2.4 Geeignete Probenahmepumpen, welche die Leistungsanforderungen nach ISO 13137 erfüllen.

7.2.5 Durchflussmesser, kalibriert, geeignet für den/die Bereich(e) von $10 \text{ ml} \cdot \text{min}^{-1}$ bis $2\,000 \text{ ml} \cdot \text{min}^{-1}$, mit einer Messunsicherheit unter $\pm 2 \%$.

7.2.6 Mikropipetten oder Injektionsspritzen für die Dosierung bekannter Volumina der Standardlösungen, entsprechend den Anforderungen nach ISO 8655-2 und mit einer nach ISO 8655-6 überprüften Kalibrierung.

7.2.7 Geräte zur Analyse des Gases, Dampfes oder charakteristischen Reaktionsprodukts, das entweder von einem Prüfsammler oder durch ein unabhängiges Probenahmeverfahren gesammelt wurde.

7.3 Prüfgas

7.3.1 Herstellung

Ein Prüfgas wird mit der Konzentration, der Temperatur, der relativen Feuchte usw., wie in den geeigneten Prüfverfahren in Abschnitt 8 angegeben, hergestellt.

Es ist sicherzustellen, dass der Durchfluss durch die Expositions-kammer die kombinierte Sammelrate aller eingesetzten Sammler um mindestens 25 % überschreitet.

7.3.2 Bestimmung der Massenkonzentration

Die Massenkonzentration des Prüfgasgemisches, β_{cg} , angegeben in Milligramm je Kubikmeter ($\text{mg} \cdot \text{m}^{-3}$), wird aus den Herstellparametern der Prüfatmosphäre berechnet.

Zum Beispiel wird die abgegebene Massenkonzentration für ein Permeationsröhrchen-System mit Gleichung (3) wie folgt berechnet:

$$\beta_{cg} = \frac{\dot{m}_1}{\dot{v}} \quad (3)$$

Dabei ist

$\dot{m}_1$ der Massenverlust des Permeationsröhrchens, in Mikrogramm je Minute ($\mu\text{g} \cdot \text{min}^{-1}$), und

$\dot{v}$ der Durchfluss in die Expositionskammer, z. B. in Litern je Minute ($\text{l} \cdot \text{min}^{-1}$).

ANMERKUNG Das Beispiel räumt dem Permeationsröhrchen-System keinen Vorrang zur Herstellung der Prüfgase ein.

Die mittlere Massenkonzentration der Prüfatmosphäre in der Expositionskammer wird experimentell bestimmt, in dem die Ergebnisse des in 7.3.3 beschriebenen unabhängigen Verfahrens verwendet werden. Für jede bekannte systematische Messabweichung des unabhängigen Verfahrens darf eine Korrektur angewandt werden.

Die mittlere Massenkonzentration wird mit dem berechneten Wert verglichen. Falls der experimentell bestimmte Wert nicht mehr als $\pm 10\%$ vom berechneten Wert der Massenkonzentration der abgegebenen Prüfatmosphäre abweicht, wird der berechnete Wert als wahrer Wert der abgegebenen Massenkonzentration angenommen. Falls diese Anforderung nicht erfüllt ist, müssen Korrekturen vorgenommen werden, oder es muss ein alternatives Herstellungsverfahren angewendet werden oder das unabhängige Verfahren ist zu überprüfen.

Falls es nicht möglich ist, die Massenkonzentration des Prüfgasgemisches zu berechnen, z. B. bei reaktiven Gasen, muss der Wert, der durch das unabhängige Verfahren bestimmt wurde, als wahrer Wert verwendet werden.

ANMERKUNG Es kann Situationen geben, in denen die Massenkonzentration vorzugsweise experimentell, anstelle der berechneten Massenkonzentration, zu bestimmen ist.

7.3.3 Unabhängiges Verfahren

Die Massenkonzentration des entstandenen Prüfgases in der Expositionskammer muss wie folgt überprüft werden:

- durch ein unabhängiges Verfahren, dessen Eignung anerkannt ist, z. B. ein Verfahren mit Diffusions-sammlern, Gaswaschflaschen oder andere Verfahren mit Sorptionsröhrchen; oder
- durch Verwendung eines unabhängig kalibrierten direkt anzeigenden Messgerätes, z. B. eines Flammen-ionisationsdetektors oder eines Infrarot-Spektrometers.

ANMERKUNG Alternativ kann ein Diffusionssammlerverfahren als das unabhängige Verfahren eingesetzt werden. Die Leistungsanforderungen sind EN 838 zu entnehmen.

8 Prüfverfahren

8.1 Allgemeines

Wenn von vornherein bekannt ist, dass ein bestimmter Typ von Sammlern von einem Umweltfaktor nicht beeinträchtigt wird, dürfen die betreffenden Prüfungen nach 8.3.3.2 bis 8.3.3.4 so modifiziert werden, dass nur die Faktoren geprüft werden, die wahrscheinlich einen Einfluss haben.

Zwei Bewertungsklassen sind wie folgt festgelegt:

- a) Klasse 1: Ein Messverfahren evaluiert für einen bestimmten Analyten in Übereinstimmung mit dem normativen Teil dieser Internationalen Norm;
- b) Klasse 2: Ein Messverfahren, das mit dem normativen Teil dieser Internationalen Norm soweit übereinstimmt, dass der Analyt als analoge Substanz innerhalb einer homologen Reihe anzusehen ist, von der sowohl die oberen als auch die unteren (Ketten-)Glieder geprüft wurden, und gezeigt haben, dass diese der Klasse 1 entsprechen.

ANMERKUNG Einige besondere Substanzgruppen (z. B. Toluol, Xylol), üblicherweise Isomere, können wie Homologe behandelt werden, sofern bekannt ist, dass deren chemischen und physikalischen Eigenschaften sehr ähnlich sind.

8.2 Prüfverfahren für Sammler

8.2.1 Strömungswiderstand

Es wird ein Probenahmезug, bestehend aus einer Probenahmepumpe (siehe 7.2.3), einem typischen Sammler, einem Differenzdruckmesser, der über ein T-Stück zwischen der Probenahmepumpe und dem Sammler eingesetzt ist, und einem Volumendurchfluss-Messgerät an der Spitze des Sammlers montiert. Alle Verbindungen müssen dicht sein; die Verbindungsschläuche müssen so kurz wie möglich sein und einen Innendurchmesser von mindestens 6 mm aufweisen.

Der Differenzdruck wird relativ zum Umgebungsdruck mit dem Differenzdruckmesser gemessen und die Prüfung des Strömungswiderstands beim empfohlenen Höchstdurchfluss durchgeführt. Der erhaltene Wert wird mit dem nach Tabelle 1 geforderten Wert verglichen (siehe 6.2.1).

8.2.2 Dichtigkeitsprüfung der Sammler (für Typ B-Sammler)

Eine Reihe von sechs versiegelten Probenehmern wird unter den folgenden Expositionsbedingungen einer Prüfatmosphäre ausgesetzt:

- Konzentration: 2 LV
- Dauer: 4 h
- relative Feuchte: $(50 \pm 5) \%$
- Temperatur: $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$

Zur Bestimmung der Undichtigkeit wird die Reihe analysiert.

8.2.3 Lagerbeständigkeit (für Typ A-Sammler mit imprägnierten Trägermaterialien)

Der Sammler wird im Grenzbereich der vom Hersteller bzw. im Messverfahren festgelegten Umweltbedingungen aufbewahrt. Am Ende der vorgegebenen Lagerzeit wird der Sammler unter den folgenden Expositionsbedingungen geprüft:

- Konzentration: 2 LV
- Dauer: empfohlene Probenahmedauer
- Durchfluss: empfohlener Durchfluss
- relative Feuchte: $(80 \pm 5) \%$
- Temperatur: $(40 \pm 2) ^\circ\text{C}$

8.2.4 Probenkennzeichnung

Es wird eine Sichtprüfung durchgeführt.

8.2.5 Kennzeichnung

Es wird eine Sichtprüfung durchgeführt.

8.2.6 Gebrauchsanleitung

Es wird eine Sichtprüfung durchgeführt.

8.3 Prüfverfahren des Messverfahrens

8.3.1 Bestimmung der empfohlenen Probenahmebedingungen

8.3.1.1 Auswahl der Prüfungen zur Kapazität des Sammlers

Die Prüfung zur Kapazität des Sammlers nach 8.3.1.2 oder die Prüfung des Durchbruchvolumens nach 8.3.1.3 wird durchgeführt unter Berücksichtigung, dass die Kapazität des Sammlers für die zu messende Substanz möglicherweise hoch ist. Dies ist von den Eigenschaften der Substanz und des Sammlers abhängig, z. B. von der Art und Menge des Probenmaterials und dem Grenzwert für die betreffende Substanz.

8.3.1.2 Prüfung zur Kapazität des Sammlers

Mindestens drei Sammler werden unter den folgenden Expositionsbedingungen mit Proben aus der Prüfatmosphäre (hergestellt mit den in 7.2.3 beschriebenen Geräten) beaufschlagt:

- Konzentration: 2 LV
- Dauer:
 - beim Langzeitgrenzwert: Referenzzeitspanne plus mindestens 1 h,
 - beim Kurzzeitgrenzwert: doppelte Referenzzeitspanne.
- Durchfluss: empfohlener Durchfluss
- relative Feuchte: $(80 \pm 5) \%$
- Temperatur: $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$

ANMERKUNG 1 Die Langzeit-Referenzzeitspanne beträgt in der Regel 8 h, wenn der Sammler jedoch einen längeren Referenzzeitraum abdeckt, kann dieser entsprechend verlängert werden.

Bei Sammlern ohne Kontrollschicht werden zwei Sammler in Reihe verwendet.

Nach der Prüfung werden die Sammler analysiert. Die in der Kontrollschicht des Sammlers wiedergefundene Menge an Prüfsubstanz muss kleiner oder gleich 5 % der gesamten wiedergefundenen Menge betragen. Falls die in der Kontrollschicht des Sammlers wiedergefundene Menge an Prüfsubstanz 5 % übersteigt, wird die Prüfung des Durchbruchvolumens des Sammlers nach 8.3.1.3 durchgeführt.

ANMERKUNG 2 Falls die in der Kontrollschicht des Sammlers (oder des zweiten Sammlers in Reihe) wiedergefundene Menge 5 % übersteigt, kann die Prüfung mit sequenziell sinkenden Durchflussraten wiederholt werden, bis die Prüfung bestanden wird. Der maximale Durchfluss, bei dem diese Prüfung bestanden wird, ist der empfohlene Durchfluss in anschließenden Prüfungen.

8.3.1.3 Prüfung des Durchbruchvolumens des Sammlers

8.3.1.3.1 Direktes Verfahren

Das Durchbruchvolumen wird ermittelt, indem mindestens drei Sammler unter den folgenden Expositionsbedingungen mit Proben der Prüfatmosfera (hergestellt mit den Geräten nach 7.2.3) beaufschlagt werden:

— Konzentration: 2 LV

— Durchfluss: nach Sammlertyp

BEISPIEL 50 ml · min⁻¹ für Typ B-Sammler, 200 ml · min⁻¹ für Typ A-Sorptionsröhrchen und 1 000 ml · min⁻¹ für imprägnierte Filter sind Beispiele für geeignete Durchflussraten.

— relative Feuchte: (80 ± 5) %;

— Temperatur: (20 ± 2) °C.

Dabei wird die Konzentration der Prüfsubstanz hinter dem Sammler mit einem geeigneten Gerät, wie z. B. einem Gaschromatographen, ausgerüstet mit einem Flammenionisationsdetektor oder einem gleichwertigen Detektor oder einem Infrarot-Spektralphotometer überwacht. Ein geeignetes Verfahren hierfür ist in A.1 beschrieben.

Bei Substanzen, für die sowohl Langzeit- als auch Kurzzeitgrenzwerte existieren, sollte das Durchbruchvolumen bei einer Konzentration gemessen werden, die dem doppelten Kurzzeitgrenzwert entspricht, insbesondere wenn der Quotient beider Grenzwerte größer oder gleich 1,5 beträgt.

Bei Zweischichten-Sorptionsröhrchen vom Typ A wird nur die erste (Primär-)Sammelschicht benutzt oder es wird ein speziell vorbereitetes Einschicht-Röhrchen verwendet.

Falls es nicht möglich ist, die Konzentration der Prüfsubstanz hinter dem Sammler mit einem direkt anzeigenden Messgerät zu überwachen, kann das Durchbruchvolumen mit einem Ersatzsammler kontrolliert werden, der in regelmäßigen Abständen ausgetauscht und analysiert wird.

8.3.1.3.2 Chromatographisches Verfahren

Im Falle von porösen Kunstharzen und ähnlichen Sorptionsmitteln kann das Durchbruchvolumen alternativ zur Anwendung des in 8.3.1.3.1 beschriebenen Verfahrens anhand des chromatographischen Retentionsvolumens abgeschätzt werden. In Anhang A ist ein Beispiel angegeben.

ANMERKUNG 1 Das durch das chromatographische Verfahren bestimmte Durchbruchvolumen berücksichtigt nicht die relative Feuchte. Messungen unter Anwendung des direkten Verfahrens zeigen, dass das Durchbruchvolumen bei porösen Kunstharzen bei hoher (95 %) relativer Feuchte um einen Faktor von etwa zwei geringer ausfällt.

ANMERKUNG 2 Das chromatographische Verfahren eignet sich nicht für Sorptionsmittel, die mit Reagenzien imprägniert sind und für Aktivkohle.

ANMERKUNG 3 Das chromatographische Verfahren eignet sich nicht für sehr hohe Massenkonzentrationen (über $500 \text{ mg} \cdot \text{m}^{-3}$).

8.3.1.4 Bestimmung des Höchstluftdurchflusses (nur für imprägnierte Filter)

Die in 8.3.1.3.1 beschriebene Prüfung für das Durchbruchvolumen wird bei ansteigenden Durchflüssen mit jeweils mindestens drei Sammlern je Durchflusseinstellung wiederholt bis ein Maximum bei 50 % oberhalb des empfohlenen Durchflusses erreicht wird. Das ermittelte Durchbruchvolumen sollte unabhängig vom Durchfluss konstant bleiben. Da die Prüfung zur Bestimmung des Durchbruchvolumens bei ansteigenden Durchflüssen wiederholt wird, könnte ein Punkt erreicht werden, an dem das Durchbruchvolumen zu sinken beginnt. Falls das Durchbruchvolumen um mehr als 5 % gegenüber seinem Anfangswert abfällt, ist der Höchstluftdurchfluss des Sammlers als 90 %-Wert jenes Durchflusses anzunehmen, bei dem dieses Ereignis eintritt.

8.3.1.5 Bestimmung des Mindestluftdurchflusses (nur bei thermischer Desorption)

Falls ein Sammler bei einem Durchfluss von unter $10 \text{ ml} \cdot \text{min}^{-1}$ zu verwenden ist und kein Einlass-Durchflussbegrenzer zur Anwendung kommt, wird die folgende Prüfung durchgeführt, um den Durchfluss zu ermitteln, oberhalb dessen Diffusionswirkungen vernachlässigt werden können. Falls der Sammler zu verwenden ist, um eine Reihe verschiedener Substanzen zu messen, wird die Prüfung mit der Substanz durchgeführt, die den höchsten Diffusionskoeffizienten aufweist.

Sechs leere Sammler werden vorbereitet und mit der Prüfatmosphäre (eingestellt auf etwa den doppelten Luftgrenzwert der Prüfsubstanz) beaufschlagt. Jeweils drei Sammler werden auf einen niedrigen/moderaten Luftdurchfluss der Pumpe und ohne Durchfluss, jedoch bei gleichzeitigem Anschluss an die Pumpe, eingestellt. Die mittlere Masse an Analyt in den drei ohne Durchfluss angeschlossenen Sammlern wird bestimmt. Dieser Wert wird von der mittleren Masse des Analyten aus den Sammlern mit Durchfluss subtrahiert, um die korrigierte Masse des in den Sammlern zurückgehaltenen Analyten zu bestimmen. Die korrigierte Masse wird herangezogen, um die Konzentration der verwendeten Prüfatmosphäre zu überprüfen. Nach erfolgter Bestätigung der Konzentration der Prüfatmosphäre wird mit Hilfe der mittleren Masse an Analyt der drei ohne Durchfluss betriebenen Sammler die diffusive Aufnahme rate der Röhrchen in Milliliter je Minute ($\text{ml} \cdot \text{min}^{-1}$) bestimmt. Dieser Wert multipliziert mit 20 ergibt den für diesen Sammlertyp zu verwendenden Mindestluftdurchfluss.

ANMERKUNG Die Stufe des zu verwendenden niedrigen/moderaten Durchflusses variiert in Abhängigkeit von den Maßen des Sammlers. So ist z. B. für genormte Sorptionsröhrchen mit einem Durchmesser von 4 mm bis 5 mm, einem Außendurchmesser von 6,4 mm und mit der Sorptionsmittelschicht im Bereich von 12 mm bis 18 mm vom Probenahmeende des Röhrchens ein Durchfluss von etwa $20 \text{ ml} \cdot \text{min}^{-1}$ geeignet. Für schmalere Sorptionsröhrchen oder Sorptionsröhrchen mit einer vom Probenahmeende des Röhrchens weiter entfernten Sorptionsmittelschicht ist ein Durchfluss unterhalb von $20 \text{ ml} \cdot \text{min}^{-1}$ geeignet. Für breitere Sorptionsröhrchen oder Sorptionsröhrchen mit einer näher am Probenahmeende des Röhrchens liegenden Sorptionsmittelschicht ist ein Durchfluss oberhalb von $20 \text{ ml} \cdot \text{min}^{-1}$ geeignet.

8.3.1.6 Lagerung nach der Probenahme

8.3.1.6.1 Direktes Verfahren

Zwei Reihen von jeweils mindestens sechs Sammlern werden verwendet und ein bekanntes Volumen der Prüfatmosphäre unter den folgenden Expositionsbedingungen entnommen:

- Konzentration: 0,1 LV und 2 LV
- Dauer: empfohlene Probenahmedauer
- Durchfluss: empfohlener Durchfluss
- relative Feuchte: $(80 \pm 5) \%$
- Temperatur: $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$

Die Lagerungsbedingungen sind im Einzelnen anzugeben (z. B. Lagerzeit, Temperatur).

Die eine Reihe wird innerhalb eines Tages und die andere nach zwei Wochen Lagerung bei Raumtemperatur oder wie sonst angegeben analysiert.

Der Mittelwert der Prüfergebnisse jeder der beiden Reihen und die Differenz zwischen den Mittelwerten, in Prozent, werden berechnet. Die Ergebnisse werden mit der Anforderung in 6.3.1.4 verglichen. Falls die Anforderung nach 6.3.1.4 nicht erfüllt wird, wird die Prüfung mit einer kürzeren Lagerzeit oder unter anderen Lagerungsbedingungen wiederholt.

ANMERKUNG Eine alternative Vorgehensweise kann darin bestehen, die Wiederfindungsrate des Verfahrens anhand einer umfangreicheren Prüfreihe auf der Grundlage verschieden langer Lagerzeiten, z. B. nach einem Tag, nach drei Tagen, sieben Tagen, zehn Tagen und nach zwei Wochen, zu bestimmen.

8.3.1.6.2 Dotierungsverfahren des Probenahmemediums

Alternativ zu dem in 8.3.1.6.1 angegebenen Verfahren darf das Probenahmemedium mit einer äquivalenten Beladung entsprechend einem der in 8.3.2.2 angegebenen Verfahren dotiert werden.

Nach Dotierung des Substrats sind die Einflüsse von Feuchte zu untersuchen, indem feuchte Luft nach 8.3.1.6.1 durch die dotierten Sammler geleitet wird.

8.3.2 Prüfverfahren des Analyseverfahrens

8.3.2.1 Analytische Bestimmungsgrenze

Bei Typ A-Sammlern werden zehn unbenutzte Sammler in der Weise mit geeigneten Massen des zu untersuchenden Analyten dotiert, sodass die daraus hergestellten Prüflösungen Massenkonzentrationen nahe der jeweiligen zu erwartenden Nachweisgrenze aufweisen, und unter Wiederholbedingungen analysiert.

Bei Typ B-Sammlern werden zehn unbenutzte Sammler mit geeigneten Massen des zu untersuchenden Analyten nahe dessen jeweiliger zu erwartender Nachweisgrenze dotiert und unter Wiederholbedingungen analysiert.

Die Bestimmungsgrenze wird für jeden zu untersuchenden Analyten als das Zehnfache der Standardabweichung des mittleren Ergebnisses abgeschätzt. Die Ergebnisse werden mit der Anforderung in 6.3.2.1 verglichen.

8.3.2.2 Bestimmung der Wiederfindungsrate des Analyseverfahrens

8.3.2.2.1 Allgemeines

Die Bestimmung ist an den unteren und oberen Grenzen des Messbereichs und für mindestens eine Zwischenkonzentration nach ISO 20581 durchzuführen, die aus folgenden Probenahmebedingungen berechnet wird:

- Konzentration:
 - beim Langzeitgrenzwert: 0,1 LV bis 2 LV
 - beim Kurzzeitgrenzwert: 0,5 LV bis 2 LV
- Dauer:
 - beim Langzeitgrenzwert: empfohlene Probenahmedauer
 - beim Kurzzeitgrenzwert: Referenzzeitspanne
- Durchfluss: empfohlener Durchfluss

Die in 8.3.2.2.2 und 8.3.2.2.3 genannten Verfahren können für die Bestimmung der Wiederfindungsrate des Analyseverfahrens herangezogen werden. Für Typ B-Sammler kann auch das Verfahren nach 8.3.2.2.4 angewendet werden.

8.3.2.2.2 Dotierungsverfahren für das Probenahmemedium aus der Gasphase

Eine bekannte Analytmasse wird entsprechend den in 8.3.2.2.1 angegebenen verschiedenen Beladungen mit einer Mikropipette oder einer Injektionsspritze (siehe 7.2.5) in ein kleines Gefäß (z. B. leere Probenabnehmer-Röhrchen, Pipettenreservoir) gegeben. Der Analyt kann rein oder in einem Lösemittel (üblicherweise das Desorptionslösemittel) verdünnt sein. Die Luft wird durch das Gefäß gepumpt und auf dem Probenahmemedium gesammelt (entsprechend der Art des Probenahmemediums, des Typs des Sammlers und des Analyten sind der empfohlene Durchfluss und die Probenahmedauer anzuwenden). Durch Spülen des Gefäßes mit Desorptionslösemittel wird überprüft, ob der Analyt vollständig verdampft wurde. Die Spülflüssigkeit wird analysiert.

Alle Proben werden desorbiert und analysiert. Die Prüfung wird für jede Probenbeladung sechsmal wiederholt. Die Wiederfindungsrate des Analyseverfahrens wird berechnet, indem die mittlere wiedergefundene Masse für jede Beladung der dotierten Sammler durch die aufgebrachte Masse dividiert wird, und der Variationskoeffizient der Wiederholproben wird berechnet.

ANMERKUNG 1 Bei chemischen Arbeitsstoffen mit einem niedrigen Dampfdruck kann mäßiges Erhitzen erforderlich sein. Andererseits können bei besonders leicht flüchtigen chemischen Arbeitsstoffen sowohl eine Kühlung als auch eine Reduzierung des Durchflusses erforderlich sein.

ANMERKUNG 2 Im Handel sind Heizblöcke mit Röhrchen erhältlich, die das Durchpumpen oder Durchspülen mit einem Gas ermöglichen.

8.3.2.2.3 Dotierungsverfahren für das Probenahmemedium aus der flüssigen Phase

Für jede Beladung wird eine bekannte Analytmasse mit einer Mikropipette oder einer Injektionsspritze (siehe 7.2.5) auf mindestens sechs Probenahmemedien aufgebracht und, falls erforderlich, mit einem nicht störenden Lösemittel verdünnt. Um sicherzustellen, dass der Analyt ordnungsgemäß adsorbiert wird, muss Luft durch den Sammler gesaugt werden, sobald die Substanzen in das Sorptionsröhrchen gegeben wurden. Die Proben werden analysiert und die Wiederfindungsrate des Analyseverfahrens wird berechnet, indem für jede Beladung die mittlere wiedergefundene Masse durch die aufgebrachte Masse dividiert wird, und der Variationskoeffizient der Wiederholproben wird berechnet. Die Ergebnisse werden mit den Anforderungen nach 6.3.2.2 verglichen.

8.3.2.2.4 Dotierungsverfahren für das Probenahmemedium (für Typ B-Sammler)

Für jede Beladung nach 8.3.2.2.1 wird eine bekannte Analytmasse auf mindestens sechs Probenahmemedien nach dem in 8.3.2.2.2 oder 8.3.2.2.3 angegebenen Verfahren aufgebracht.

Die Wiederfindungsrate des Analyseverfahrens wird berechnet, indem die mittlere Masse für jede Beladung durch die aufgebrachte Masse dividiert wird, und der Variationskoeffizient der Wiederholproben wird berechnet. Die Ergebnisse werden mit der Anforderung in 6.3.2.2 verglichen.

Die Typ B-Sammler sind Teil des Injektionssystems von im Handel erhältlichen Geräten für die thermische Desorption. Ein direktes Verfahren besteht darin, die Wiederfindungsrate des Analyseverfahrens des eingesetzten dotierten Sammlers mit der Wiederfindung der direkten Aufgabe des Analyten auf die Säule des Gaschromatographen zu vergleichen. Die absolute Wiederfindungsrate des Analyseverfahrens kann üblicherweise nicht auf diese Weise für Typ B-Sammler bestimmt werden, es sei denn, der Hersteller des thermischen Desorbers stellt eine direkte Injektionseinrichtung zur Verfügung, die den Gasvolumen-durchfluss mit dem in Reihe geschalteten Sammler nicht stört. Falls keine direkte Injektionseinrichtung verfügbar ist, darf das folgende Verfahren angewendet werden:

Der Analyt wird zusammen mit einem internen Standard auf das Probenahmemedium aufgebracht, von dem bekannt ist, dass dieser unter den angewendeten Desorptionsbedingungen eine Wiederfindungsrate des Analyseverfahrens von 100 % aufweist. Dafür sind n-Pentan oder n-Hexan geeignet. Die mit der Thermodesorption erhaltene relative Detektoranzeige wird mit der relativen Anzeige verglichen, die bei Flüssiginjektion des Analyten mit dem internen Standard erhalten wurde.

ANMERKUNG Bei der thermischen Desorption eines Analyten von einem Typ B-Sammler handelt es sich nicht um einen Gleichgewichtsprozess. Die Wiederfindungsrate des Analyseverfahrens beträgt annähernd 100 %, es sei denn, die Desorptionszeit ist unter den zur Anwendung kommenden Bedingungen für Temperatur und Trägergasgeschwindigkeit zu kurz oder die Desorptionstemperatur zu gering oder der Analyt unterliegt infolge einer chemischen Reaktion mit dem Sorptionsmittel einem teilweisen Abbau, z. B. aufgrund seiner katalytisch oder oxidierend wirkenden Verunreinigungen oder infolge einer Reaktion mit anderen Materialien in den Leitungen.

8.3.2.3 Bestimmung des Blindwertes

Sechs unbenutzte Sammler werden analysiert. Der Mittelwert und die Standardabweichung werden berechnet. Die Ergebnisse werden mit den Anforderungen nach 6.3.2.3 verglichen.

8.3.3 Wiederfindungsrate des Verfahrens und Präzision des Verfahrens

8.3.3.1 Allgemeines

Die in 8.3.3.2 bis 8.3.3.4 angegebenen Prüfungen der Wiederfindungsrate des Verfahrens und der Präzision des Verfahrens erfordern die Berechnung der Massenkonzentration des Analyten, β_a , aus der Masse des Analyten, die von den Sammlern zurückbehalten wurde und dem Volumen der beprobten Prüfatmosphäre. Diese Berechnung wird nach folgender Gleichung (4) durchgeführt:

$$\beta_a = \frac{m_{a2} - m_{a1}}{R_{an} \times V_0} \quad (4)$$

Dabei ist

- m_{a1} die Masse an Analyt, die von dem unbeladenen Röhrchen desorbiert wurde, in Mikrogramm (μg);
- m_{a2} die Masse an Analyt, die von dem beladenen Röhrchen desorbiert wurde, in Mikrogramm (μg);
- R_{an} die Wiederfindungsrate des Analyseverfahrens;
- V_{at} das Volumen der beprobten Prüfatmosphäre, in Liter (l).

ANMERKUNG Die an besondere Bedingungen, z. B. 20 °C (= 293 K) und 101,3 kPa, angepasste Massenkonzentration, $\beta_{a,corr}$, kann nach folgender Gleichung (5) berechnet werden:

$$\beta_{a,corr} = \beta_a \times \frac{101,3}{p_{at}} \times \frac{T_{at}}{293} \quad (5)$$

Dabei ist

- T_{at} die Temperatur der beprobten Prüfatmosphäre, in Kelvin (K);
 p_{at} tatsächlicher Druck der beprobten Prüfatmosphäre, in Kilopascal (kPa).

Die Konzentration des Analyten, angegeben als ein Volumenanteil, ϕ_a , kann nach folgender Gleichung (6) berechnet werden:

$$\phi_a = \beta_{a,corr} \times \frac{24,1}{M_a} \quad (6)$$

Dabei ist

- 24,1 das Molvolumen bei 293 K und 101,3 kPa, in Liter je Mol ($\text{l} \cdot \text{mol}^{-1}$);
 M_a die molare Masse des Analyten, in Gramm je Mol ($\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$).

8.3.3.2 Einfluss der Expositionskonzentration

Für jede Konzentration wird mit mindestens sechs Sammlern unter folgenden Bedingungen ein bekanntes Volumen der Prüfatmosphäre entnommen:

- Konzentration: 0,1 LV, 0,5 LV und 2 LV;
- Dauer: empfohlene Probenahmedauer;
- Durchfluss: empfohlener Durchfluss;
- relative Feuchte: $(50 \pm 5) \%$;
- Temperatur: $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

Die Proben werden analysiert und für jede Expositionskombination wird die Konzentration (siehe 8.3.3.1) für jede der Wiederholproben berechnet. Das Ergebnis wird jeweils durch die Referenzkonzentration der Prüfatmosphäre (siehe 7.4.2) dividiert. Die mittlere Wiederfindungsrate des Verfahrens und der Variationskoeffizient der Wiederholproben werden für jede Probenbeladung berechnet; ebenso werden die Gesamtwiederfindungsrate des Verfahrens und der Variationskoeffizient der Mittelwerte berechnet.

8.3.3.3 Einfluss der relativen Feuchte der Prüfatmosphäre

Für jede Kombination von Konzentration und relativer Feuchte wird mit mindestens sechs Sammlern unter folgenden Bedingungen ein bekanntes Volumen der Prüfatmosphäre entnommen:

- Konzentration: 0,1 LV und 2 LV;
- Dauer: empfohlene Probenahmedauer;
- Durchfluss: empfohlener Durchfluss;
- relative Feuchte: $(20 \pm 5) \%$ und $(80 \pm 5) \%$;
- Temperatur: $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

ANMERKUNG Die hohen und die niedrigen Werte der relativen Feuchte sind nur zur Orientierung angegeben. Falls die Sammler bekanntermaßen in einem darüber hinausgehenden oder eingeschränkteren Bereich relativer Feuchte verwendet werden, dürfen die Werte entsprechend angepasst werden.

Die Proben werden analysiert und für jede Expositions Kombination wird die Konzentration (siehe 8.3.3.1) für jede der Wiederholproben berechnet. Um den Einfluss der relativen Feuchte auf die Wiederfindungsrate des Verfahrens abzuschätzen, wird für jede Expositions Kombination der Mittelwert ermittelt und das Ergebnis jeweils durch die Referenzkonzentration der Prüfatmosphäre (siehe 7.4.2) dividiert. Siehe B.5.5 zur Berücksichtigung des Einflusses der Feuchte bei der Abschätzung der erweiterten Messunsicherheit des Messverfahrens.

8.3.3.4 Einfluss der Temperatur der Prüfatmosphäre

Für jede Temperatur wird mit mindestens sechs Sammlern unter folgenden Bedingungen ein bekanntes Volumen der Prüfatmosphäre entnommen:

- Konzentration: 2 LV;
- Dauer: empfohlene Probenahmedauer;
- Durchfluss: empfohlener Durchfluss;
- relative Feuchte: $(50 \pm 5) \%$;
- Temperaturen: $(10 \pm 2) ^\circ\text{C}$ und $(40 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

ANMERKUNG Die hohen und die niedrigen Temperaturwerte sind nur zur Orientierung angegeben. Falls die Sammler bekanntermaßen in einem darüber hinausgehenden oder eingeschränkteren Bereich relativer Feuchte verwendet werden, dürfen die Werte entsprechend angepasst werden.

Die Proben werden analysiert und für jede Expositions Kombination wird die Konzentration (siehe 8.3.3.1) für jede der Wiederholproben berechnet. Das Ergebnis wird jeweils durch die Referenzkonzentration der Prüfatmosphäre (siehe 7.4.2) dividiert. Um den Einfluss der Temperatur auf die Wiederfindungsrate des Verfahrens abzuschätzen, werden für jede Temperatur die Mittelwerte und die mittlere Differenz berechnet. Siehe B.5.6 zur Berücksichtigung des Temperatureinflusses bei der Abschätzung der erweiterten Messunsicherheit des Messverfahrens.

8.4 Messfehler

8.4.1 Identifizierung der zufälligen und nicht zufälligen Unsicherheitskomponenten

Alle zufälligen und nicht zufälligen Unsicherheitskomponenten des Messverfahrens werden, z. B. durch Erstellen eines Ursache-Wirkungs-Diagramm (siehe ISO/IEC Guide 98 und Literaturhinweise [2], [3] und [4]), identifiziert.

ANMERKUNG Siehe B.1 für eine Aufstellung der zufälligen und nicht zufälligen Unsicherheitskomponenten, die üblicherweise berücksichtigt werden müssen.

8.4.2 Abschätzung der individuellen Unsicherheitskomponenten

8.4.2.1 Allgemeines

Für jede der in 8.4.1 identifizierten signifikanten Unsicherheitskomponenten werden die individuellen Unsicherheiten abgeschätzt oder nach Maßgabe der Anleitung in Anhang C aus den in 8.4.2.2 bis 8.4.2.5 beschriebenen Prüfdaten berechnet.

8.4.2.2 Unsicherheit in Zusammenhang mit dem Probeluftvolumen

Die zufälligen und nicht zufälligen Unsicherheitskomponenten in Zusammenhang mit dem Probeluftvolumen werden nach Maßgabe der Anleitung in B.2 abgeschätzt.

Falls der Messfehler für die allgemeine Anwendung eines veröffentlichten Verfahrens abgeschätzt wird, wird eine Abschätzung der betreffenden Unsicherheitskomponenten für den ungünstigsten Fall („worst case“) vorgenommen.

Falls der Messfehler für die Anwendung des Verfahrens unter bestimmten Bedingungen abgeschätzt wird, z. B. seitens einer bestimmten Organisation, die eine besondere Probenahmeeinrichtung und ein bestimmtes Probenahmeprotokoll verwendet, werden die Unsicherheitskomponenten für die spezifische Einrichtung (z. B. Durchflussmesser, Probenahmepumpe, Zeitgeber) unter Berücksichtigung aller besonderen Zusatzanforderungen des Probenahmeprotokolls (z. B. Anzahl der Durchflussmessungen, Probenahmedauer) abgeschätzt.

8.4.2.3 Unsicherheit in Zusammenhang mit der Lagerung und dem Transport der Probe

Die nicht zufälligen Unsicherheitskomponenten in Zusammenhang mit der Lagerung und dem Transport der Probe werden anhand der Ergebnisse der Prüfung nach 8.3.1.6 und nach Maßgabe der Anleitung in B.4 abgeschätzt.

8.4.2.4 Unsicherheit in Zusammenhang mit der Wiederfindungsrate des Verfahrens

Die systematische Messabweichung des Verfahrens und die nicht zufälligen Unsicherheitskomponenten in Zusammenhang mit der Wiederfindungsrate des Verfahrens werden anhand der Ergebnisse der Prüfung nach 8.3.3 und nach Maßgabe der Anleitung in B.5 abgeschätzt.

8.4.2.5 Unsicherheit in Zusammenhang mit der Variabilität des Verfahrens

Die zufälligen Unsicherheitskomponenten in Zusammenhang mit der Variabilität des Verfahrens werden anhand der Ergebnisse der Prüfung nach 8.3.3.2 und nach Maßgabe der Anleitung in B.6 abgeschätzt.

8.4.2.6 Berechnung der kombinierten Standardunsicherheit

Die kombinierte Standardunsicherheit, in Prozent (%), wird nach den folgenden Gleichungen (7) bis (9) berechnet:

$$u_{c,r} = \sqrt{u_{s,r}^2 + u_{a,r}^2} \quad (7)$$

$$u_{c,nr} = \sqrt{u_{s,nr}^2 + u_{a,nr}^2} \quad (8)$$

$$u_c = \sqrt{u_{c,r}^2 + u_{c,nr}^2} \quad (9)$$

Dabei ist

- $u_{s,r}$ die zufällige Unsicherheit bei der Probenahme;
- $u_{s,nr}$ die nicht zufällige Unsicherheit bei der Probenahme;
- $u_{a,r}$ die zufällige Unsicherheit bei der Analyse;
- $u_{a,nr}$ die nicht zufällige Unsicherheit bei der Analyse;
- $u_{c,r}$ die kombinierte zufällige Standardunsicherheit (in Verbindung mit Probenahme und Analyse);