

Innenraumluchtverunreinigungen

Teil 6: Bestimmung von VOC in der Innenraumlucht und in Prüfkammern
Probenahme auf TENAX TA, thermische Desorption und
Gaschromatographie/MSD bzw. FID
(ISO/DIS 16000-6:2002)

DIN**ISO 16000-6**

Diese Norm wurde in das VDI/DIN-Handbuch Reinhaltung der Luft, Band 5, aufgenommen.

ICS 13.040.20

Einsprüche bis 2002-10-31

EntwurfErsatz für
E DIN ISO 16000-6:2000-11

Indoor air – Part 6: Determination of volatile organic compounds in indoor and chamber air by active sampling on TENAX TA, thermal desorption and gas-chromatography MSD/FID (ISO/DIS 16000-6:2002)

Air intérieur – Partie 6: Dosage des composés organiques volatils dans l'air intérieur des locaux et enceintes par échantillonnage actif sur le sorbant TENAX TA, désorption thermique et chromatographie en phase gazeuse utilisant MSD/FID (ISO/DIS 16000-6:2002)

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.

Das internationale Schriftstück ISO/DIS 16000-6:2002, „Indoor air – Part 6: Determination of volatile organic compounds in indoor and chamber air by active sampling on TENAX TA, thermal desorption and gas-chromatography MSD/FID“, ist unverändert in diesen deutschen Norm-Entwurf übernommen worden.

Nationales Vorwort

Internationale Technische Regelsetzung zum Innenraumluftbereich

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

Fortsetzung Seite 2 bis 33

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

Die vorliegende zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (2000), die in technischen Darlegungen überarbeitet wurde.

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

Nationale Technische Regelsetzung zum Innenraumluftbereich

Messplanerische Aspekte von Innenraumluftmessungen für einzelne Stoffe bzw. Stoffgruppen sind in einzelnen Blättern der Richtlinie VDI 4300 (siehe auch Abschnitt „Nationaler Anhang“) behandelt. Zum Teil dienen sie als alleinige Basisdokumente für die Erstellung einzelner Teile der ISO 16000 (z.B. bei der ISO 16000-1 und ISO 16000-2). Die Messtechniken (Probenahme und Analysentechnik) zur Bestimmung der jeweiligen Stoffe bzw. Stoffgruppen in der Innenraumluft werden in den Blättern der Richtlinie VDI 4301 dargestellt. Messverfahren, die sowohl im Innenraumluft als auch im Immissionsbereich eingesetzt werden können, sind in weiteren VDI-Richtlinien beschrieben.

Damit stehen folgende Technische Regeln für Messungen im Innenraum zur Verfügung:

DIN ISO 16000: ISO-Normen, die als nationale Normen übernommen wurden,

VDI 4300: Richtlinien, die im nationalen Bereich erarbeitet wurden.

Für die im Inhalt des Teils 6 der ISO 16000 zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO/DIS 16000-1 siehe E DIN ISO 16000-1

ISO 16017-1 siehe DIN EN ISO 16017-1

ENV 13419-1:1999 siehe DIN ENV 13419-1:1999

ENV 13419-2:1999 siehe DIN ENV 13419-2:1999

EN 1232:1997 siehe DIN EN 1232:1997

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 16017-1, *Innenraumluft, Außenluft und Luft am Arbeitsplatz – Probenahme und Analyse flüchtiger organischer Verbindungen durch Sorptionsröhrchen/thermische Desorption/Kapillar-Gaschromatographie – Teil 1: Probenahme mit einer Pumpe (ISO/DIS 16017-1:2000); Deutsche Fassung EN ISO 16017-1:2000.*

E DIN EN ISO 16017-2, *Innenraumluft, 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*

E DIN ISO 16000-1, *Innenraumluftverunreinigungen – Teil 1: Allgemeine Aspekte der Messstrategie (ISO/DIS 16000-1:2000).*

E DIN ISO 16000-2, *Innenraumluftverunreinigungen – Teil 2: Messstrategie für Formaldehyd (ISO/DIS 16000-2:2000).*

DIN ISO 16000-3, *Innenraumluftverunreinigungen – Teil 3: Messen von Formaldehyd und anderen Carbonylverbindungen – Probenahme mit einer Pumpe (ISO/DIS 16000-3:2000).*

E DIN ISO 16000-4, *Innenraumluftverunreinigungen – Teil 4: Bestimmung von Formaldehyd – Probenahme mit Passivsammlern (ISO/DIS 16000-4:2000).*

VDI 3484 Blatt 1:2001-11, *Messen von gasförmigen Immissionen – Messen von Innenraumluftverunreinigungen – Messen von Prüfgasen; Bestimmen der Formaldehydkonzentration nach dem Sulfite-Pararosanilin-Verfahren*

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

VDI 4300 Blatt 2:1997-12, *Messen von Innenraumluftverunreinigungen – Messstrategie für polycyclische aromatische Kohlenwasserstoffe (PAH), polychlorierte Dibenz-p-dioxine (PCDD), polychlorierte Dibenzofurane (PCDF) und polychlorierte Biphenyle (PCB)*

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

VDI 4300 Blatt 4:1997-08, *Messen von Innenraumluftverunreinigungen – Messstrategie für Pentachlorphenol (PCP) und γ -Hexachlorcyclohexan (Lindan) in der Innenraumluft*

VDI 4300 Blatt 5:2000-06, *Messen von Innenraumluftverunreinigungen – Messstrategie für Stickstoffdioxid (NO₂)*

VDI 4300 Blatt 6:2000-12, *Messen von Innenraumluftverunreinigungen – Messstrategie für flüchtige organische Verbindungen (VOC)*

VDI 4300 Blatt 7:2001-07, *Messen von Innenraumluftverunreinigungen – Bestimmung der Luftwechselzahl in Innenräumen*

VDI 4300 Blatt 8:2001-06, *Messen von Innenraumluftverunreinigungen – Probenahme von Hausstaub*

VDI 4301 Blatt 1:1997-12, *Messen von Innenraumluftverunreinigungen – Messen der Stickstoffdioxidkonzentration – Manuelles photometrisches Verfahren (Saltzman)*

VDI 4301 Blatt 2:2000-06, *Messen von Innenraumluftverunreinigungen – Messen von Pentachlorphenol (PCP) und γ -Hexachlorcyclohexan (Lindan) – GC/MS-Verfahren*

E VDI 4301 Blatt 3:2001-07, *Messen von Innenraumluftverunreinigungen – Messen von Pentachlorphenol (PCP) und γ -Hexachlorcyclohexan (Lindan) – GC/ECD-Verfahren*

Deutsche Übersetzung

Innenraumluftverunreinigungen

Teil 6: Bestimmung von VOC in der Innenraumluft und in Prüfkammern
Probenahme auf TENAX TA, thermische Desorption und Gaschromatographie/MSD bzw. FID

Inhalt

	Seite
Vorwort	6
Einleitung	7
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe und Abkürzungen	7
3.1 Prüfkammern und Prü fzellen	7
3.2 flüchtige organische Verbindungen (VOC), leicht flüchtige organische Verbindungen (VVOC) und schwer flüchtige organische Verbindungen (SVOC).....	8
3.3 gesamte flüchtige organische Verbindungen (TVOC)	8
4 Kurzbeschreibung	8
5 Reagenzien und Materialien	8
5.1 Flüchtige organische Verbindungen zur Kalibrierung	8
5.2 Methanol	8
5.3 Tenax TA	9
5.4 Mischungen von Kalibrierlösungen für die Dotierung mit Flüssigkeiten	9
5.5 Stabilität der Kalibrierlösungen von Mischungen	9
5.6 Kalibrier-Sorptionsröhrchen, beladen durch Dotierung mit Flüssigkeiten	9
5.7 Trägergas (He, Ar, N ₂)	10
6 Geräte	10
6.1 Sorptionsröhrchen	10
6.2 Verbindungen zwischen Sorptionsröhrchen	10
6.3 Spritzen	10
6.4 Probenahmepumpe.....	10
6.5 Verbindungen	10
6.6 Kalibrierung des Gasvolumendurchflus smessgerätes	11
6.7 Gaschromatograph	11
6.8 Kapillarsäule.....	11
6.9 Thermodesorptionsgerät	11
6.10 Injektionseinrichtung zur Herstellung von Kalibrier-Sorptionsröhrchen durch Dotierung mit Flüssigkeiten.....	11
7 Reinigung und Lagerung der Sorptionsröhrchen	11
7.1 Reinigung.....	11
7.2 Lagerung der gereinigten Sorptionsröhrchen vor der Probenahme	12
8 Kalibrierung der Pumpe	12
9 Probenahme	12
9.1 Probenahme von Innenraumluft.....	12
9.2 Probenahme von Prüfkammerluft	12
9.3 Probenahmeverolumen.....	13
9.4 Lagerung beladener Proben	13

9.5	Feldblindproben	13
10	Analyse	13
10.1	Thermische Desorption.....	14
10.2	Kalibrierung	14
10.3	Temperaturprogramm	14
10.4	Analyse der Sorptionsröhrchen	14
11	Identifizierung einzelner VOC	14
12	Konzentration der zu untersuchenden Verbindungen in der Probenluft.....	15
12.1	Flüchtige organische Verbindungen, VOC.....	15
12.2	Gesamte flüchtige organische Verbindungen (TVOC).....	16
12.3	VVOC- und SVOC-Verbindungen, die außerhalb des TVOC Bereiches liegen.....	16
13	Präzision und systematischer Fehler	17
14	Prüfbericht	17
15	Qualitätssicherung	18
Anhang A (informativ) Beispiele für Verbindungen, die in der Innenraumluft und in Prüfkammern durch die Emission aus Bauprodukten gefunden wurden		19
Anhang B (informativ) Sicherheits-Probenahmevolumen für ausgewählte auf Tenax TA gesammelte organische Gase		26
Anhang C (informativ) Präzision und Wiederfindung von Lösemitteln auf Sorptionsröhrchen, die mit Tenax TA gefüllt sind		30
Literaturhinweise		33

Vorwort

Die ISO (Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO Mitglieds Körperschaften). Die Erarbeitung Internationaler Normen obliegt üblicherweise den Technischen Komitees der ISO. Jede Mitglieds Körperschaft, die sich für ein Thema interessiert, für das ein Technisches Komitee eingesetzt wurde, ist berechtigt, in diesem Komitee mitzuarbeiten. Internationale (staatliche und nichtstaatliche) Organisationen, die mit der ISO in Verbindung stehen, sind an den Arbeiten ebenfalls beteiligt. Die ISO arbeitet bei allen Angelegenheiten der elektrotechnischen Normung eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Internationale Normen werden in Übereinstimmung mit den Regularien, die in der ISO/IEC Richtlinie Teil 3 niedergelegt sind, erstellt.

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

Auf die Möglichkeit, dass einige Elemente dieses Teils der ISO 16000 Patentrechten unterliegen könnten, sei hingewiesen. ISO darf nicht für die Identifizierung eines Teils oder aller Patentrechte haftbar gemacht werden.

Die Internationale Norm ISO 16000-6 wurde durch das Technische Komitee ISO/TC 146 „Luftbeschaffenheit“, Unter-Komitee (SC) 6 „Innenraumluft“, Arbeitsgruppe 3 „Messen von flüchtigen organischen Verbindungen (VOC) in der Innenraumluft“ erstellt.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (2000), die in technischen Darlegungen überarbeitet wurde.

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

- *Teil 1: Allgemeine Aspekte der Messstrategie*
- *Teil 2: Probenahmestrategie für Formaldehyd*
- *Teil 3: Messen von Formaldehyd und anderen Carbonylverbindungen; Probenahme mit einer Pumpe*
- *Teil 4: Bestimmung von Formaldehyd; Probenahme mit Passivsammlern*
- *Teil 5: Probenahmestrategie für VOC (in Vorbereitung)*
- *Teil 6: Bestimmung von VOC in der Innenraumluft und in Prüfkammern - Probenahme auf TENAX TA, thermische Desorption und Gaschromatographie/MSD bzw. FID*
- *Teil 7: Probenahmestrategie für die Bestimmung luftgetragener Asbestfaserkonzentrationen (in Vorbereitung)*
- *Teil 8: Messung der Luftwechselrate (in Vorbereitung)*

In Teil 5 der ISO 16000, der in Vorbereitung ist, wird die Messstrategie für VOC-Messungen in der Innenraumluft behandelt. Die Norm ist ein Bindeglied zwischen dem Teil 1 der ISO 16000 „Allgemeine Aspekte der Messstrategie“ und dem analytischen Messverfahren, das im vorliegenden Teil 6 beschrieben ist.

Dieser Teil 6 der ISO 16000 setzt die Kenntnis der ISO 16000-1:2000 voraus.

Einleitung

Der Teil 1 der ISO 16000 beschreibt allgemeine Anforderungen für die Messung von Innenraumluftverunreinigungen sowie die für die einzelnen Schadstoffe bzw. Schadstoffgruppen wichtigen Randbedingungen, die vor oder während der Messung zu beachten sind. Messtechnische Aspekte (Probenahme- und Analysentechnik) und Aspekte der Messstrategie für spezifische Schadstoffe bzw. Schadstoffgruppen werden in anderen Teilen der ISO 16000 behandelt.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil der ISO 16000 legt ein Verfahren zur Bestimmung flüchtiger organischer Verbindungen (VOC) in der Innenraumluft sowie in der Luft von Prüfkammern und Prü fzellen zur Ermittlung der Emission einzelner VOC und TVOC aus Baumaterialien fest. Das Verfahren basiert auf der Verwendung von Tenax TA mit anschließender thermischer Desorption der Verbindungen und gaschromatographischer Analyse [1]. Das Verfahren eignet sich für Messungen nicht polarer und schwach polarer VOC im Massenkonzentrationsbereich von weniger als $1 \mu\text{g}/\text{m}^3$ bis hin zu mehreren mg/m^3 . Mit dem Verfahren können auch einige leicht flüchtige organische Verbindungen (VVOC) und schwer flüchtige organische Verbindungen (SVOC) analysiert werden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden normativen Dokumente enthalten Festlegungen, die durch Verweisungen in diesem Text Bestandteil des vorliegenden Teils dieser Internationalen Norm ISO 16000 sind. Bei datierten Verweisungen gelten spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikation nicht. Anwender dieser Internationalen Norm werden jedoch gebeten, die Möglichkeit zu prüfen, die jeweils neuesten Ausgaben der nachfolgend angegebenen normativen Dokumente anzuwenden. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen normativen Dokuments. Mitglieder von ISO und IEC führen Verzeichnisse der gültigen Internationalen Normen.

ISO 16000-1:2000, *Indoor air – Part 1: General aspects of sampling strategy*

ISO 16017-1:2000, *Indoor, ambient and workplace air – Sampling and analysis of volatile organic compounds by sorbent tube/thermal desorption/capillary gas chromatography – Part 1: Pumped sampling*

ISO:1995, *Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement*

ENV 13419-1:1999, *Bauprodukte – Bestimmung der Emissionen flüchtiger organischer Verbindungen (VOC) – Teil 1: Emissionsprüfkammer-Verfahren*

ENV 13419-2:1999, *Bauprodukte – Bestimmung der Emissionen flüchtiger organischer Verbindungen (VOC) – Teil 2: Emissionsprü fzellen-Verfahren*

EN 1232:1997, *Arbeitsplatzatmosphäre – Pumpen für die personenbezogene Probenahme von chemischen Stoffen – Anforderungen und Prüfverfahren*

3 Begriffe und Abkürzungen

3.1 Prüfkammern und Prü fzellen

Prüfkammern und Prü fzellen sind in ENV 13419-1:1999 und ENV 13419-2:1999 beschrieben.

Tenax TA ist ein mit einem Handelsnamen belegtes Produkt. Das Produkt ist eindeutig und hat nur einen Hersteller; es ist aber durch viele unterschiedliche Lieferanten überall verfügbar. Diese Information dient lediglich als Hinweis für die Anwender dieser Internationalen Norm und bedeutet keine Anerkennung des genannten Produktes durch ISO.

3.2 flüchtige organische Verbindungen (VOC), leicht flüchtige organische Verbindungen (VVOC) und schwer flüchtige organische Verbindungen (SVOC)

gasförmige organische Verbindungen in der Innenraumluft von Wohnungen, Büros und öffentlichen Gebäuden, sowie gasförmige organische Verbindungen, die aus Baumaterialien emittiert und in dem Abgasstutzen von Prüfkammern gemessen werden. Die Weltgesundheitsorganisation (WHO) hat die VVOC, VOC und SVOC anhand der Siedepunkte [8] klassifiziert:

Beschreibung	Abkürzung	Siedepunktbereich °C	
		von	bis
Leicht flüchtige organische Verbindungen	VVOC	<0	50 – 100
Flüchtige organische Verbindungen	VOC	50 – 100	240 – 260
Schwerflüchtige organische Verbindungen	SVOC	240 – 260	380 – 400

3.3 gesamte flüchtige organische Verbindungen (TVOC)

Summe flüchtiger organischer Verbindungen, die auf Tenax TA gesammelt und zwischen und einschließlich n-Hexan und n-Hexadecan eluiert werden. Die Verbindungen werden mit dem Flammenionisations-Detektor oder dem massenselektiven Detektor nachgewiesen. Die Angaben der Messergebnisse erfolgen als „Toluol-Äquivalente“.

4 Kurzbeschreibung

Ein genau bestimmtes Probengasvolumen wird aus der Raumluft oder einer Prüfkammer (siehe ENV 13419-1:1999) oder einer Prü fzelle (siehe ENV 13419-2:1999) gezogen und über ein (oder mehrere) Sorptionsröhrchen, das mit Tenax TA gefüllt ist, geführt. Die flüchtigen organischen Verbindungen werden in dem Sorptionsröhrchen zurückgehalten. Die Analyse des Sorptionsröhrchens erfolgt anschließend im Laboratorium. Die gesammelten VOC werden thermisch von dem Sorptionsröhrchen desorbiert und unter Verwendung einer geeigneten Einrichtung zur Konzentrierung (Kühlfalle/mit Sorbens gefüllte Falle) mit einem inerten Trägergasstrom in einen Gaschromatographen gespült. Der Gaschromatograph ist mit einer Kapillarsäule bzw. Kapillarsäulen und einem Flammenionisations-Detektor und/oder einem Massenspektrometer ausgerüstet. Die Grundlage ist auch in ISO 16017-1:2000 beschrieben.

5 Reagenzien und Materialien

5.1 Flüchtige organische Verbindungen zur Kalibrierung

Reinheitsgrad: Für die Chromatographie

5.2 Methanol

Reinheitsgrad: Für die Chromatographie

5.3 Tenax TA

Korngröße: 0,18 mm bis 0,25 mm (60 mesh bis 80 mesh)

Kommerzielles Tenax TA enthält gewisse Mengen an Verunreinigungen, die vor der Verwendung für die VOC-Probenahme entfernt werden müssen. Die Reinigung wird durch thermische Behandlung des Tenax TA unter Verwendung eines Trägergasdurchflusses (gereinigtes Trägergas) durchgeführt. Die Reinigungsbedingungen werden so gewählt, dass keine Zersetzung des Polymeres stattfindet, z. B. bei einer Temperatur von 330 °C über zumindest 18 h, wobei ein Trägergasdurchfluss von 100 ml/min eingestellt wird. Das vorgereinigte Tenax TA wird in die Sorptionsröhrchen gefüllt (siehe 6.1.1), die dicht verschlossen in einem geschlossenen emissionsfreien Behälter gelagert werden. Der Reinheitsgrad des gereinigten Tenax TA wird durch Analyse von Blindproben geprüft.

5.4 Mischungen von Kalibrierlösungen für die Dotierung mit Flüssigkeiten

5.4.1 Lösung mit einer Massenkonzentration von ungefähr 10 mg/ml jeder flüssigen Komponente

50 ml Methanol werden in einen 100-ml-Messkolben vorgelegt. Ungefähr 1 g der zu untersuchenden Verbindung oder Verbindungen wird genau in den 100-ml-Messkolben eingewogen, wobei mit der Verbindung, die die geringste Flüchtigkeit aufweist, begonnen wird. Mit Methanol wird auf 100 ml aufgefüllt; der Kolben wird verschlossen und geschüttelt.

5.4.2 Lösung mit einer Massenkonzentration von ungefähr 1000 µg/ml jeder flüssigen Komponente

50 ml Methanol werden in einen 100-ml-Messkolben vorgelegt und 10 ml der in 5.4.1 beschriebenen Lösung zugegeben. Mit Methanol wird auf 100 ml aufgefüllt; der Kolben wird verschlossen und geschüttelt.

5.4.3 Lösung mit einer Massenkonzentration von ungefähr 100 µg/ml jeder flüssigen Komponente

50 ml Methanol werden in einen 100-ml-Messkolben vorgelegt. Ungefähr 10 mg der zu untersuchenden Verbindung oder Verbindungen werden genau in den 100-ml-Messkolben eingewogen, wobei mit der Verbindung begonnen wird, die die geringste Flüchtigkeit aufweist. Mit Methanol wird auf 100 ml aufgefüllt; der Kolben wird verschlossen und geschüttelt.

5.4.4 Lösung mit einer Massenkonzentration von ungefähr 10 µg/ml jeder flüssigen Komponenten

50 ml Methanol werden in einen 100-ml-Messkolben vorgelegt und 10 ml der in 5.4.3. beschriebenen Lösung hinzugegeben. Mit Methanol wird auf 100 ml aufgefüllt; der Kolben wird verschlossen und geschüttelt.

5.4.5 Lösung mit einer Massenkonzentration von ungefähr 1 µg/ml jeder flüssigen Komponente

50 ml Methanol werden in einen 100-ml-Messkolben vorgelegt und 10 ml der in 5.4.4. beschriebenen Lösung hinzugegeben. Mit Methanol wird auf 100 ml aufgefüllt; der Kolben wird verschlossen und geschüttelt.

5.5 Stabilität der Kalibrierlösungen von Mischungen

Kalibrierlösungen sollten wöchentlich frisch hergestellt werden; falls Anzeichen für eine Veränderung vorliegen, z. B. Kondensationsreaktionen zwischen Alkoholen und Ketonen, sind die Lösungen häufiger anzusetzen. Die Prüfung der Kalibrierlösung auf ihre Stabilität ist Teil der Qualitätssicherung im Laboratorium.

5.6 Kalibrier-Sorptionsröhrchen, beladen durch Dotierung mit Flüssigkeiten

Kalibrier-Sorptionsröhrchen werden hergestellt, in dem aliquote Anteile der Kalibrierlösungen in das noch unbeladene Sorptionsröhrchen – wie nachfolgend beschrieben – injiziert werden. Das Sorptionsröhrchen wird an die Injektionseinrichtung (siehe 6.10) angeschlossen, durch die das Spülgas mit einem

Gasvolumendurchfluss von 100 ml/min zusammen mit einem Aliquot von 1 µl bis 5 µl der betreffenden Kalibrierlösung, das durch das Septum aufgegeben wurde, strömt. Nach 5 min wird das Sorptionsröhrchen abgeklemmt und verschlossen. Die Kalibrier-Sorptionsröhrchen werden mit jeder Probencharge neu hergestellt.

5.7 Trägergas (He, Ar, N₂)

Inertes Trägergas, z. B. Helium, Argon oder Stickstoff

Die Reinheit des Trägergases wird durch die Detektion einer Injektion von 0,5 ng Toluol geprüft.

ANMERKUNG Die Qualität des Trägergases ist von besonderer Bedeutung, da in dem Trägergas enthaltene Störkomponenten zusammen mit den zu untersuchenden Verbindungen in der Kühlfalle angereichert werden.

6 Geräte

Übliche Laborgeräte und folgendes:

6.1 Sorptionsröhrchen

Sorptionsröhrchen aus Edelstahl oder Glas gefüllt mit mindestens 200 mg Tenax TA als Sorbens (siehe 5.3) werden eingesetzt. Röhrchen mit zum Beispiel 6 mm Außendurchmesser, 5 mm Innendurchmesser und 90 mm Länge, erfüllen die Anforderungen und sind in vielen kommerziellen Thermo-desorptionsgeräten einsetzbar.

Deaktivierte Glaswolle oder andere geeignete Materialien, z. B. Edelstahlfritten, müssen eingesetzt werden, um das Sorbens in dem Röhrchen zu fixieren.

Die Sorptionsröhrchen werden mit Metallschraubkappen – mit integriertem Polytetrafluorethen(PTFE)-Dichtkonus – verschlossen.

Kommerziell hergestellte Sorptionsröhrchen, die mit Tenax TA gefüllt und vorgereinigt sind, oder im Laboratorium selbst gefüllte Sorptionsröhrchen kommen zum Einsatz. Zur Sicherstellung der Sorptionskapazität müssen zumindest 200 mg an Sorbens je Röhrchen eingesetzt werden. Im Anhang B von ISO 16017-1:2000 ist die Bestimmung des Durchbruchvolumens beschrieben. Um das Röhrchen zu packen, wird ein Pfropfen deaktivierter Glaswolle oder ein Edelmetallgewebe an einem Ende eingesetzt und das Sorbens eingefüllt. Letzteres kann durch Einsaugen erfolgen. Zur Fixierung des Sorbens wird ein weiterer Glaswollpfropfen oder ein Edelmetallgewebe auf dem Sorbens platziert.

6.2 Verbindungen zwischen Sorptionsröhrchen

Zwei Sorptionsröhrchen dürfen für die Probenahme durch Metallschraubkappen-Kupplungen – mit integriertem PTFE-Dichtkonus – miteinander in Reihe verbunden werden.

6.3 Spritzen

Präzisionsspritze für 10 µl Flüssigkeit, ablesbar auf zumindest 0,1 µl.

6.4 Probenahmepumpe

Die Pumpe sollte den Anforderungen nach EN 1232:1997 oder gleichwertigen entsprechen.

6.5 Verbindungen

PE (Polyethen)- oder PTFE-Verbindungen mit entsprechendem Durchmesser werden eingesetzt, um Pumpe und Sorptionsröhrchen gasdicht miteinander zu verbinden. Auf der Ansaugseite vor dem Sorptionsröhrchen dürfen keine Plastikverbindungen verwendet werden, da Störkomponenten von dem Verbindungsmaterial eingeschleppt werden können.