



AIR
ANALYTIK



Analytik Institut Rietzler GmbH

Besonderheiten bei der Handhabung von Bodenluft-Proben im Auftragslabor

www.rietzler-analytik.de

Ein Unternehmen der Rietzler Gruppe GmbH

Referent



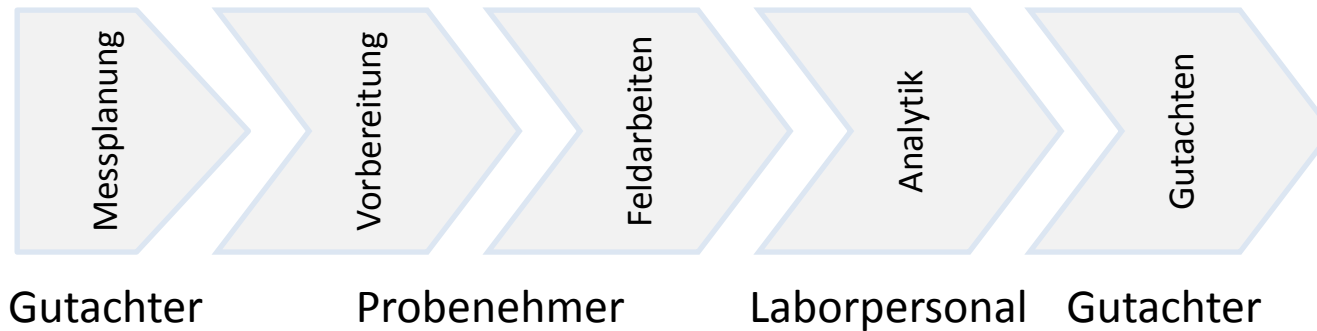
Arthur Hofmann

- Dipl.-Ing. (FH) techn. Chemie
- Geschäftsführer
- Seit 1990 in der Branche
- Analytik GC/HPLC
- Laborleiter seit 1992
- Privater Sachverständiger in der Wasserwirtschaft
- Lehrbeauftragter Ohm Hochschule Nürnberg

1. Arten von Bodenluftgefäßen
 - Gassammelverfahren
 - Anreicherungsverfahren
2. Der analytische Prozess
 - Gaschromatographie
 - Direktaufgabe
 - Desorption und Flüssigaufgabe
3. Kenngrößen
4. Qualitätsmanagement
5. Wichtige Informationen Probenahme/Labor

Handhabung von Bodenluft im Labor

These Qualität in der Bodenluftuntersuchung



These: Je mehr die Beteiligten von einander wissen,
desto geringer ist die Fehlerquote!

*„Das Geheimnis des Erfolges ist, den
Standpunkt des Anderen zu verstehen.“*

Henry Ford

Handhabung von Bodenluft im Labor

Arten von analytischen Bodenluftverfahren



Verfahren	VDI 3865 Bl. 3 Anreicherung 06/1998	VDI 3865 Bl. 4 Direkt- verfahren 12/2000	LfU 3.8.4 03/2003	Verbreitung (Anzahl Ringversuchs- Teilnehmer)
Anreicherungsverfahren				
Aktivkohle	x			23
XAD 4	x			
Direktverfahren				
Headspace		x		10
Minican			x	2
Gasmaus				1
Gasbeutel				5
Glaspipette		x		2

Aktivkohle

Volumen 1 bis 5 Liter
Befüllung über Schlauch

Feldblindprobe notwendig

Problem der Überladung

Lagerdauer 5 Tage



Handhabung von Bodenluft im Labor

Arten von Bodenluftgefäßen - Anreicherungsverfahren



XAD 4 - Harz

Volumen 1 bis 5 Liter
Befüllung über Schlauch

Feldblindprobe notwendig

Problem der Überladung

Lagerdauer 1 Woche



Headspaceglas

mit PTFE beschichtetem Butylkautschuk

Volumen 0,002 bis 0,02 Liter

Befüllung über Spritze

Vor Ort evakuiert oder

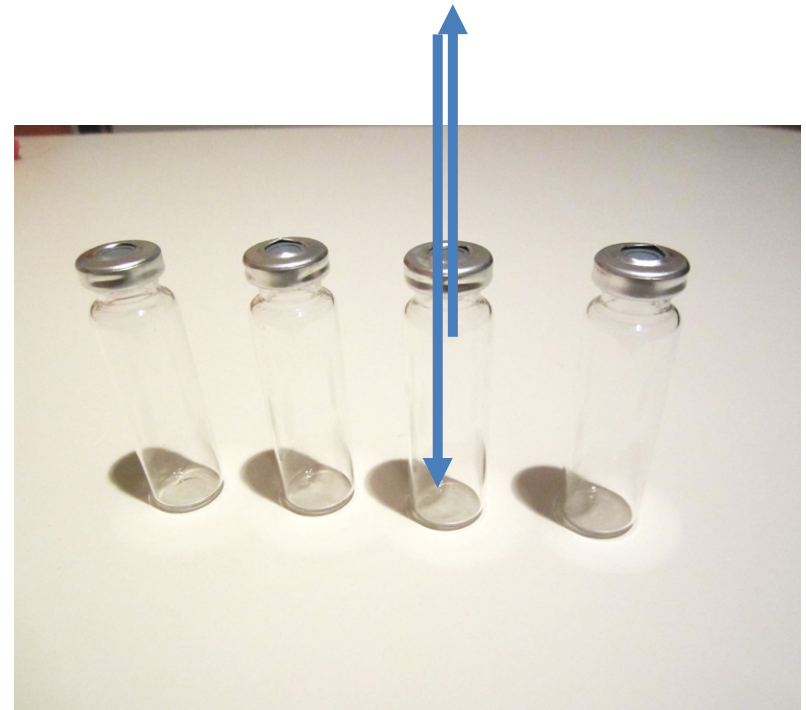
Mit dem fünffachen Volumen beladen

Einmalprodukt: Kontaminationsfrei

Dichtheitsprüfung notwendig

Geringe Lagerungsdauer: 1 Tag

Kein Feldblindwert



Handhabung von Bodenluft im Labor

Arten von Bodenluftgefäßen - Gassammelverfahren

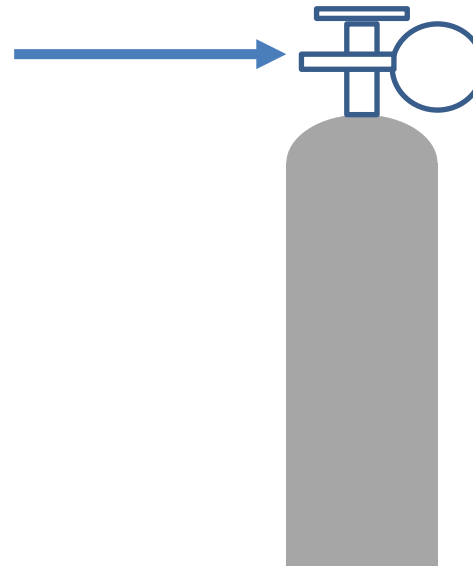
Minican

Volumen 1 Liter

Evakuierung

Luftaustausch über Durchfluss

Lagerungsdauer 5 Tage



Handhabung von Bodenluft im Labor

Arten von Bodenluftgefäßen - Gassammelverfahren

Gasbeutel Tedlar

adsorptionsfrei!

Volumen 0,25 Liter bis 2,5 Liter
Befüllung über Schlauch

Mehrfachentnahme

Einmalprodukt keine Kontamination

Geringe Lagerungsdauer



Handhabung von Bodenluft im Labor

Arten von Bodenluftgefäßen - Gassammelverfahren

Glaspipette

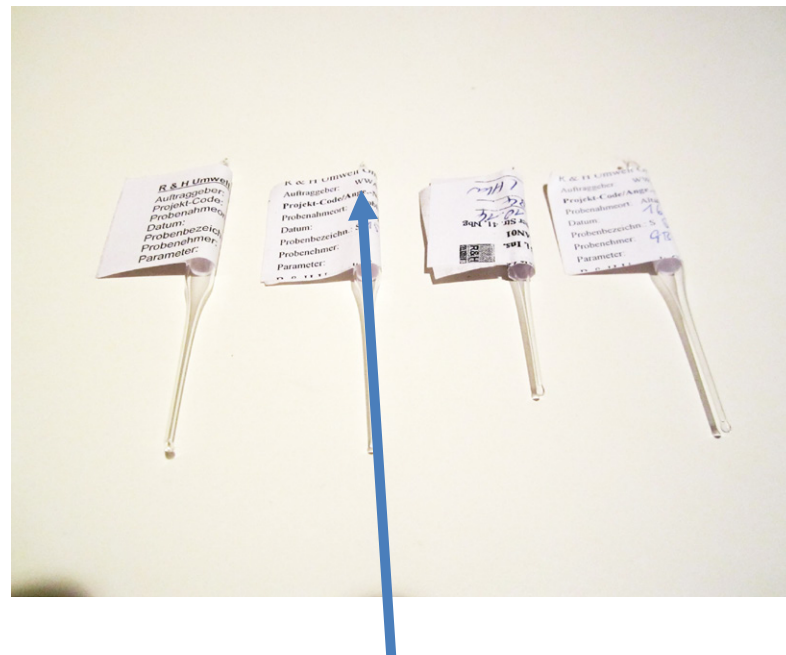
Volumen 0,001 Liter

Befüllung über Spritze Kanüle

Handwerkliches Geschick nötig

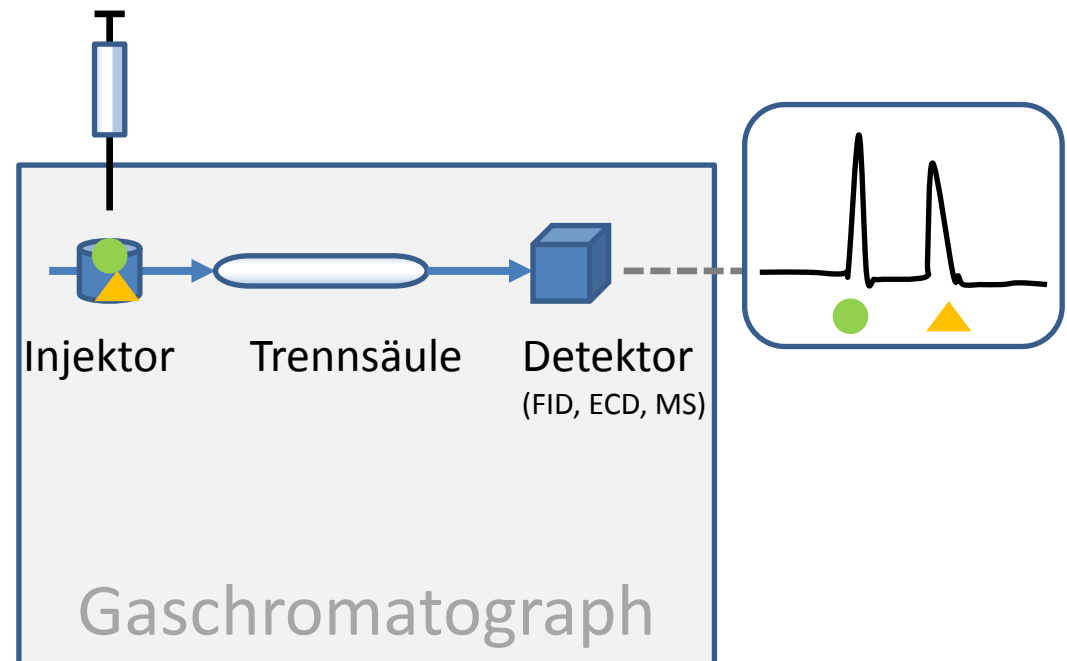
Nur eine Entnahme im Labor

Extreme Langzeitstabilität



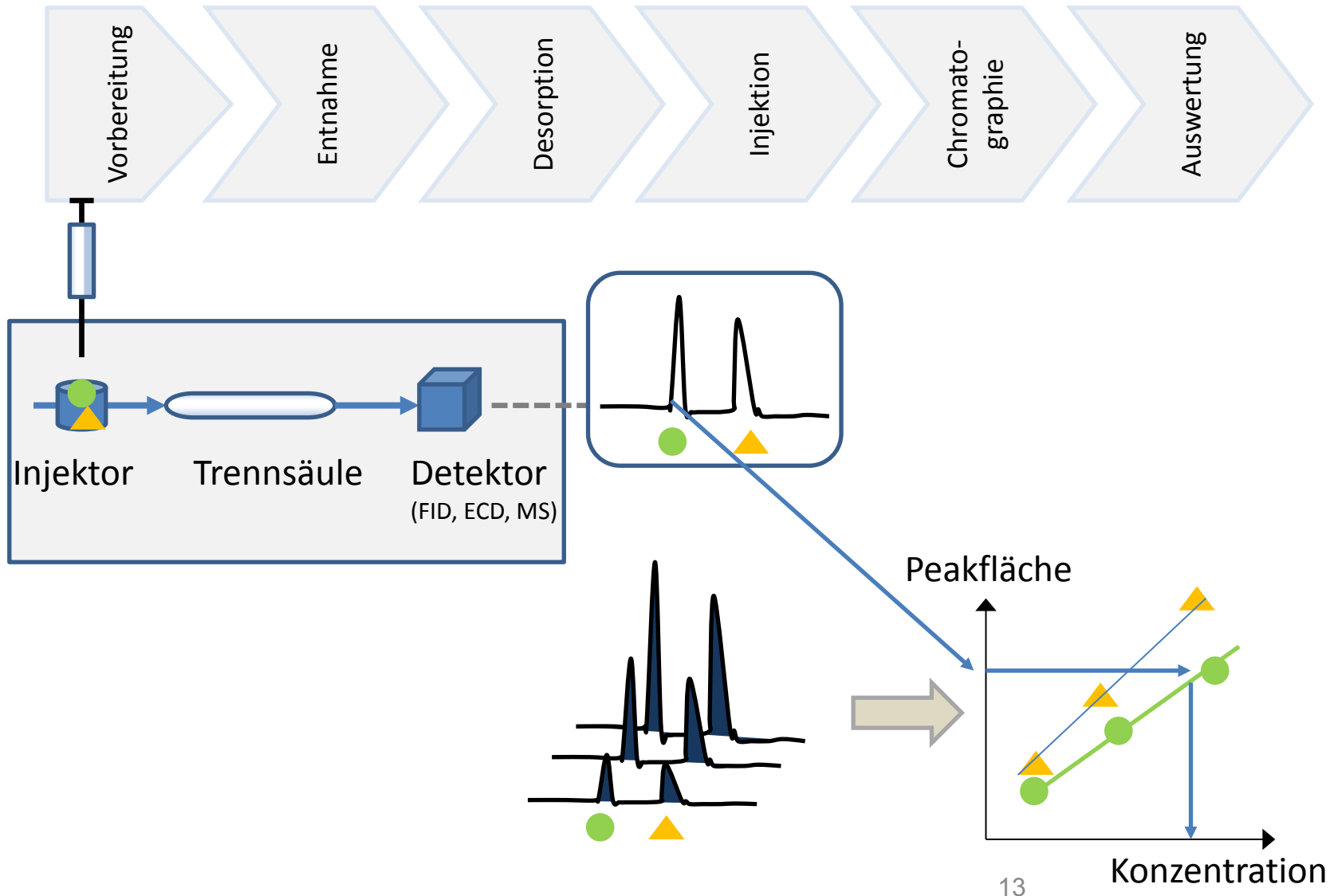
Handhabung von Bodenluft im Labor

Der analytische Prozess I Crashkurs Gaschromatographie I



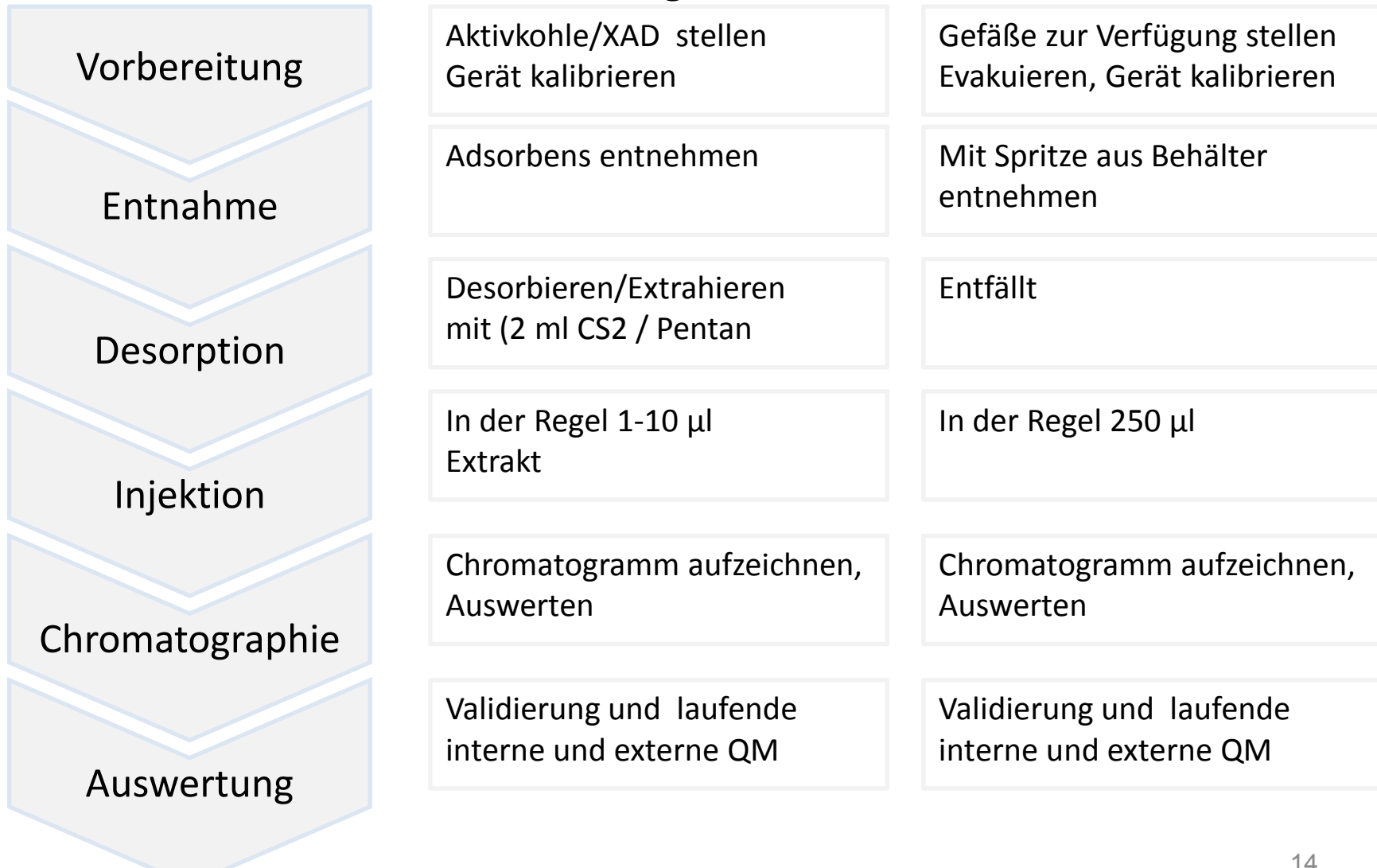
Handhabung von Bodenluft im Labor

Der analytische Prozess I Crashkurs Gaschromatographie



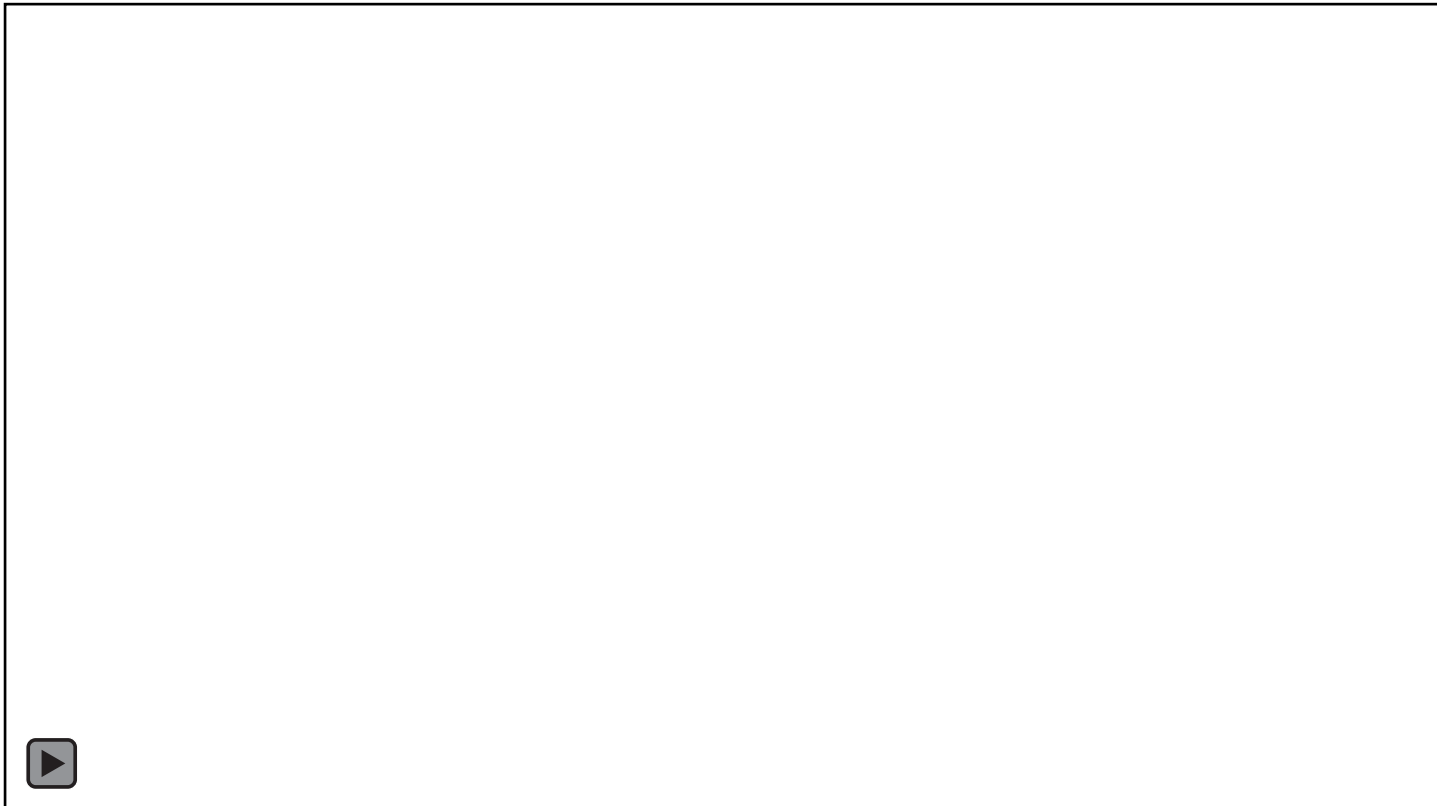
Handhabung von Bodenluft im Labor

Der Analytische Prozess I



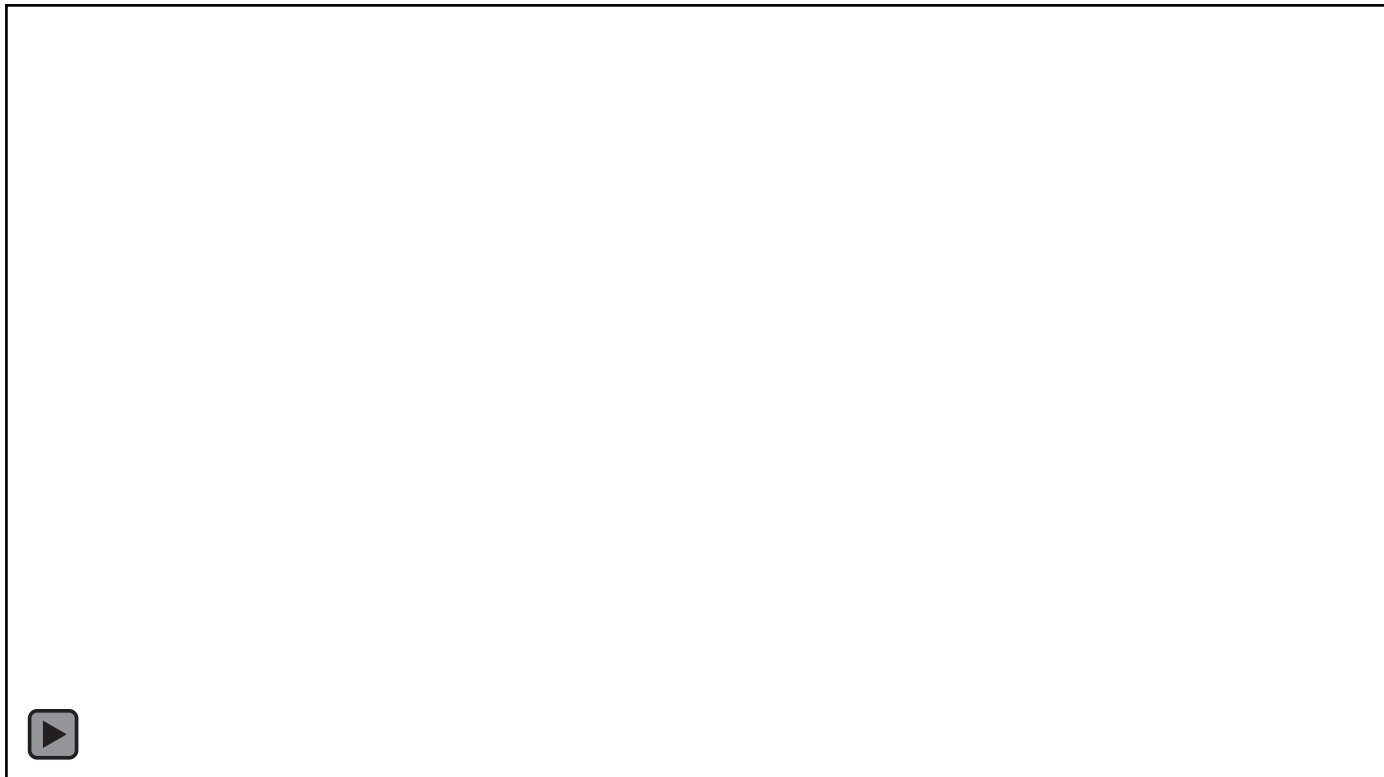
Handhabung von Bodenluft im Labor

Der Analytische Prozess I Direktverfahren



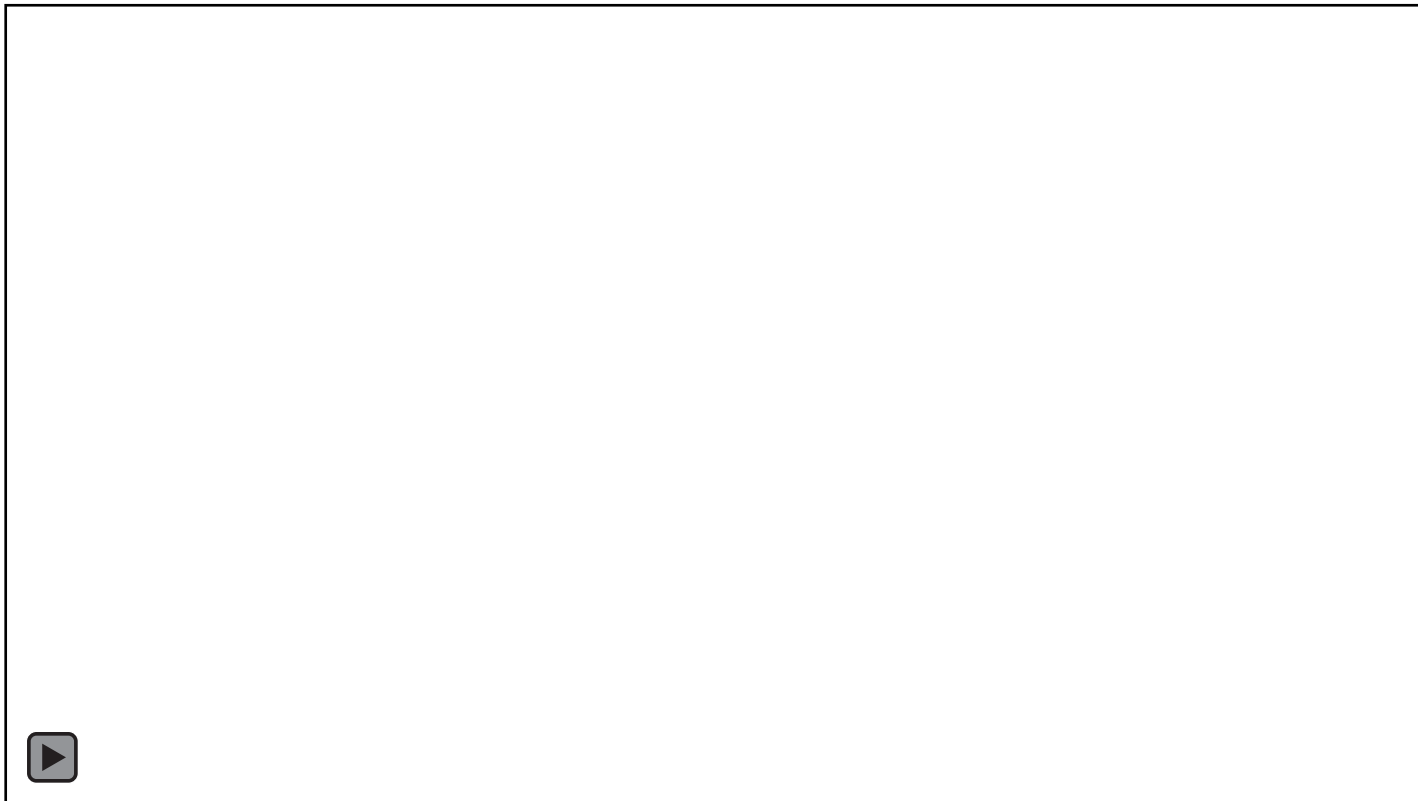
Handhabung von Bodenluft im Labor

Der Analytische Prozess I Direktverfahren Injektion



Handhabung von Bodenluft im Labor

Der Analytische Prozess II Anreicherungsverfahren



Handhabung von Bodenluft im Labor

Der Analytische Prozess II Anreicherungsverfahren



Handhabung von Bodenluft im Labor

Arten von Bodenluftgefäßen - Rahmendaten



Methode	Volumen Probeluft ml	Extraktionsvolumen ml	Injektionsvolumen ml	Aufgabeverhältnis
Anreicherungsverfahren				
Aktivkohle	1000	2	0,001	1/2000
XAD 4	1000	2	0,001	1/2000
Gassammelverfahren				
Headspace	2-20	-	0,250	1/8-1/80
Minican	1000	-	0,250	1/4000
Gasmaus	200-1000	-	0,250	1/800-1/4000
Gasbeutel	1000	-	0,250	1/4000
Glaspipette	2	-	0,250	1/8

Handhabung von Bodenluft im Labor

5 Qualitätsmanagement Validierung



AIR
ANALYTIK

Kalibrierung von Analyseverfahren nach DIN 38402-A51/DIN 32645

Stand: 15.01.2013

Parameter

Toluol

Methode

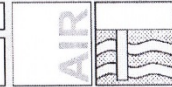
VDI 3865 Bl. 4*

Prüfmittel

GC-FID2

Einheit

mg/m³



Analysenergebnisse der Kalibrierung

i	x(BW)	x(i)	y(i,1)	y(i,2)	y(i,3)	y(i,4)	y(i,5)	±VB (n=1)	±VB (n=3)
1	0,01	20	51275	50903	49553	49882	51406	1,23	0,939
2	-0,03	40	106426					1,10	0,770
3	0,02	60	158941					1,06	0,708
4	0	80	213911					1,11	0,773
5	0,01	100	266412	263991	270093	269145	275102	1,23	0,935

Bemerkung

Prüfung der Varianzhomogenität

f(1)	s(1) ²	f(2)	s(2) ²	PW	F(4,4,99%)
5	702000	5	17600000	25,00	15,98

Ergebnis: PW > F(4,4,99%) => Die Varianzen sind nicht homogen.

Linearitätstest

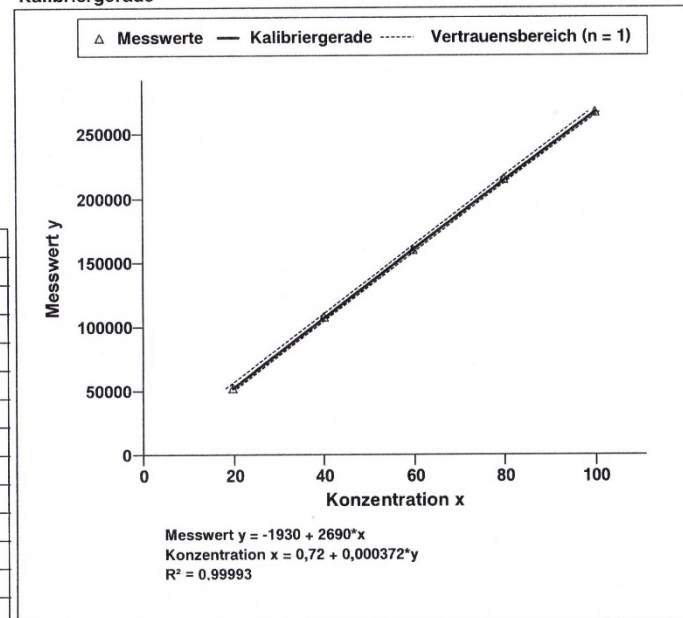
s(y1) ²	s(y2) ²	DS ²	PW	F(1,2,99%)
671000	718000	578000	0,8054	98,50

Ergebnis: PW < F(1,2,99%) => Die Kalibrierfunktion ist linear.

Verfahrenskenndaten

Arbeitsbereich	mg/m ³	20 - 100
Anzahl der Standardproben N		5
Statistische Kenngrößen		P=95% 1/k=33,3% t(1s)=2,353 t(2s)=3,182
Ordinatenabschnitt (Blindwert) a		-1930
Empfindlichkeit (Steigung) b/ E (nicht linear)	/mg/m ³	2690
Funktionskonstante c (nicht linear)	/(mg/m ³)	-
Reststandardabweichung s(y)		819
Verfahrensstandardabweichung s(x0)	mg/m ³	0,305
Verfahrensvariationskoeffizient V(x0)	%	0,508
Nachweisgrenze NWG	mg/m ³	1,04 (KAL), 0,0605 (BW)
Erfassungsgrenze EG	mg/m ³	2,08 (KAL), 0,119 (BW)
Bestimmungsgrenze BG	mg/m ³	4,09 (KAL), 0,178 (BW)
Arbeitsbestimmungsgrenze ABG	mg/m ³	1
Prüfwert x(p) bei linearer Funktion	mg/m ³	2,06

Kalibriergerade



21.1.2013

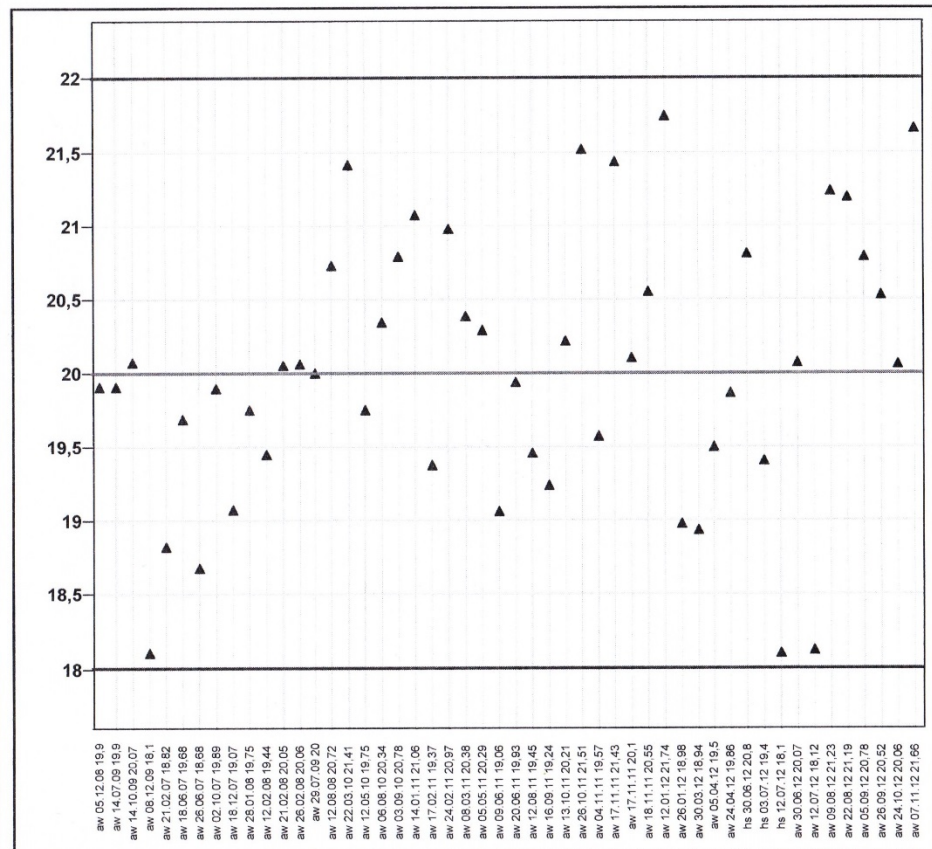
Handhabung von Bodenluft im Labor

5 Qualitätsmanagement Kontrollkarte Toluol



Mittelwert-Zielwertkarte

Parameter	Toluol
Allgemeine Angaben	
Arbeitsbereich:	GC-ECD/FID/WLD
Prüfmittel:	GC-FID2
Methode:	VDI 2457*
Matrix:	Luft
Kontrollperiode:	1-2 (21.02.2007 - 07.11.2012)
Kenngrößen der Kontrollperiode	
Sollwert:	20 mg/m ³
Ausschlussgrenze:	10%
Ausschlussgr. oben:	22 mg/m ³
Ausschlussgr. unten:	18 mg/m ³
Bemerkung	



Datum: 08.11.2012

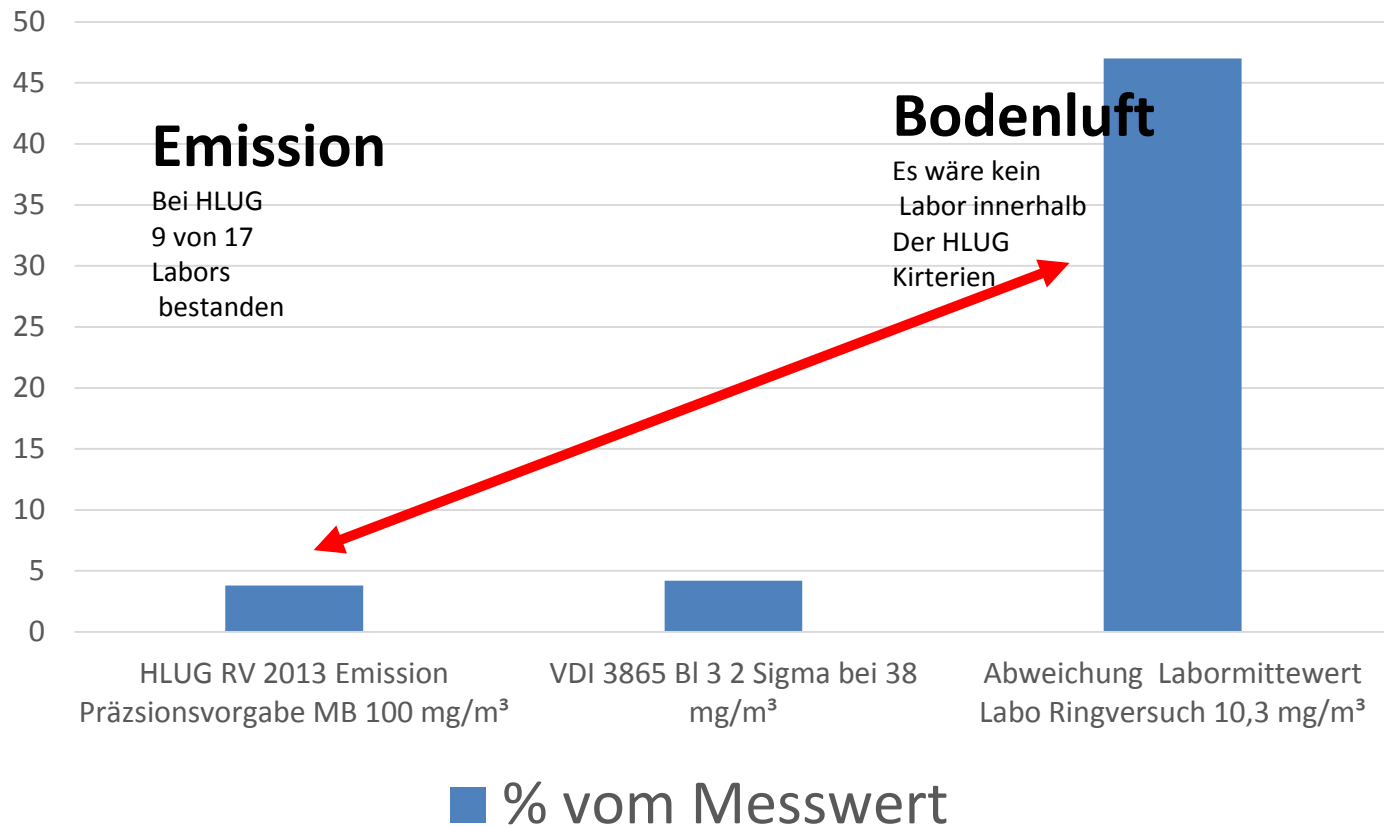
geprüft:

Handhabung von Bodenluft im Labor

5 Qualitätsmanagement Ringversuche



„Praxis“ Präzisionsdaten Aktivkohle Toluol

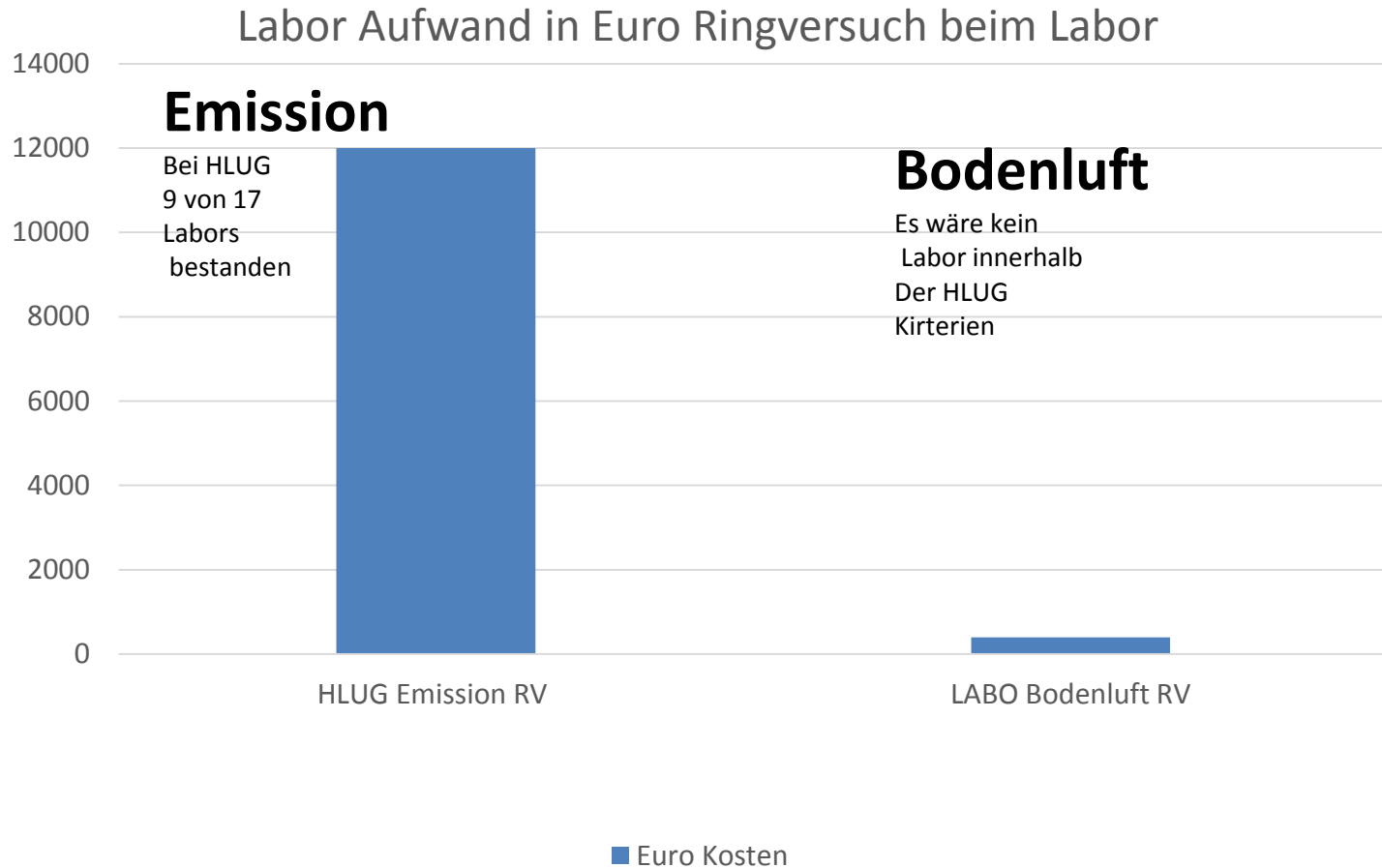


Was können wir verbessern – Was ist in der Bodenluft zu erreichen?

Handhabung von Bodenluft im Labor



Aufwand Messungen und Ringversuch



1. Abstimmung aller Beteiligten (Messteam – Laborteam)
Schulung oder eigene Probenehmer (Emission und Innenraummessung)
 2. Optimierung des Beladungsbereichs (Volumen*Konzentration) auf den Messbereich
 3. Optimierte Einzelschritt Betrachtung (Kennlinien einrechnen von Volumen-, Druck-, Feuchtemesser, BW der Röhrencharge, Desorptionsausbeute, Einberechnen der Kennlinien)
 4. Routinevorgänge vor Ort
- > Ein Halbstundenmittelwert in der Emissionsmessung ist drei bis 10mal teurer als eine Messung der Bodenluft mit Aktivkohle

1. Aktivkohle ist grundsätzlich tauglich für die Bodenluftprobenahme
2. Der Aufwand muss für gute Ergebnisse aber deutlich erhöht werden
 - Abstimmung Probenahme – Labor (direkt nicht über Probeneingang)
 - Standardisierung Lösungsmittel (CS2 ggf. mit Modifier)
 - Immer Bestimmung Blindwert aktuelle Charge
 - Immer Bestimmung Feldblindwert (Arbeitsweise und Transport)
 - Immer Bestimmung Desorptionsausbeute
3. Aus Kostengründen sollte in der Bodenluft nur mit den einfachen Direktverfahren gearbeitet werden. Aber auch hier sind Fallstricke zu beachten:

1. Headspacegläser

1. Material Septen!
2. Zeitliche Abstimmung sehr problematisch 1 Arbeitstag Haltbarkeit!! Immer Abends Proben im Labor haben aber ohne starke Temperturschwankungen (-> kein Transportdienst!!)
3. Undichtigkeiten nach Transport (Erschütterung)
4. Mindestens immer zwei Gläser Parallel untersuchen

2. Gassack und Gasmass

1. Adsorption – Materialauswahl (Kalibrierung gilt nur für den Gassacktyp)
2. Temperatur
3. Material auch bei Befüllschlauch etc. wichtig!

3. Minican

1. Adsorption und Vakuum wichtig.
2. Temperatur
3. Material auch bei Befüllschlauch etc. wichtig!

4. Pasteurpipette

1. Handling vor Ort muss beherrscht werden (Komplett abgeschmolzene Spitze verhindert Aufbrechen im Labor)

Generelle Empfehlungen

- > Empfehlung Bodenluft mit Direktverfahren
- > Enge Abstimmung Labor/Probenehmer
- > Fehlerbetrachtung über alle Schritte analog LAI-Emissionsbericht
in Berichtstellung einarbeiten

*„Das Geheimnis des Erfolges ist, den
Standpunkt des Anderen zu verstehen.“*

Henry Ford

**Vielen Dank für Ihre
Aufmerksamkeit.**