

VEREIN
DEUTSCHER
INGENIEURE

Messen gasförmiger Verbindungen in der Außenluft
Messen von Innenraumlufverunreinigungen
Gaschromatografische Bestimmung
organischer Verbindungen
Aktive Probenahme durch Anreicherung auf Aktivkohle
Lösemittelextraktion

Determination of gaseous compounds in ambient air
Determination of indoor air pollutants
Gas chromatographic determination of organic compounds
Active sampling by accumulation on activated charcoal
Solvent extraction

VDI 2100

Blatt 2 / Part 2

Ausg. deutsch/englisch
Issue German/English

*Der Entwurf dieser Richtlinie wurde mit Ankündigung im Bundesanzeiger einem öffentlichen Einspruchsverfahren unterworfen.
Die deutsche Version dieser Richtlinie ist verbindlich.*

The draft of this guideline has been subject to public scrutiny after announcement in the Bundesanzeiger (Federal Gazette).

The German version of this guideline shall be taken as authoritative. No guarantee can be given with respect to the English translation.

Inhalt	Seite	Contents	Page
Vorbemerkung	2	Preliminary note	2
Einleitung	2	Introduction	2
1 Anwendungsbereich	3	1 Scope	3
2 Grundlagen des Verfahrens	3	2 Basic principles of the procedure	3
3 Formelzeichen und Abkürzungen	4	3 Symbols and abbreviations	4
4 Geräte und Betriebsmittel	5	4 Equipment and process materials	5
4.1 Geräte zur Probenahme	5	4.1 Equipment for sampling	5
4.2 Geräte zur Analyse	7	4.2 Equipment for analysis	7
4.3 Betriebsmittel	8	4.3 Process materials	8
5 Durchführen der Messung	9	5 Execution of the measurement	9
5.1 Probenahme	9	5.1 Sampling	9
5.2 Probenaufbereitung	10	5.2 Preparation of samples	10
5.3 Analytische Bestimmung	10	5.3 Analysis	10
5.4 Identifizieren	10	5.4 Identification	10
6 Kalibrieren	11	6 Calibration	11
6.1 Allgemeines	11	6.1 General	11
6.2 Herstellen der Kalibrierlösungen	11	6.2 Production of the calibration solution	12
6.3 Kalibrierung	12	6.3 Plotting the calibration graph	12
6.4 Berechnen des Ergebnisses	13	6.4 Calculation of the result	13
7 Verfahrenskenngrößen	13	7 Characteristic values of the procedure	13
7.1 Nachweis-, Erfassungs- und Bestimmungsgrenzen	13	7.1 Limits of detection, identification and quantification	13
7.2 Ermitteln der Durchbruchvolumina	16	7.2 Calculation of the breakthrough volumes	16
7.3 Lagern der Proben	19	7.3 Storage of the samples	19

Kommission Reinhaltung der Luft im VDI und DIN – Normenausschuss KRdL

Fachbereich Umweltmesstechnik

VDI/DIN-Handbuch Reinhaltung der Luft, Band 5: Analysen- und Messverfahren II

	Seite
7.4 Standardabweichung von Doppelproben . . . 19	19
7.5 Standardabweichung von Wiederholungsmessungen 22	22
8 Qualitätssicherung 24	24
8.1 Allgemeines 24	24
8.2 Administrative Maßnahmen 24	24
8.3 Technischer Betrieb. 25	25
Anhang A Extraktion mit Kohlenstoffdisulfid, einmal verwendbare Sorptionsrohre . 27	27
Anhang B Extraktion mit Kohlenstoffdisulfid, wiederverwendbare Sorptionsrohre . 32	32
Anhang C Elution mit Pentan, wiederverwendbare Sorptionsrohre . 37	37
Anhang D Headspace-Analyse mit Benzylalkohol 39	39
Anhang E Wiederfindungsraten 42	42
Schrifttum 44	44

	Page
7.4 Standard deviations of double samples . . . 19	19
7.5 Standard deviation of repeat measurements 22	22
8 Quality assurance 24	24
8.1 General 24	24
8.2 Administrative measures 24	24
8.3 Technical operation. 25	25
Annex A Extraction with carbon disulphide, disposable sorption tubes. 27	27
Annex B Extraction with carbon disulphide, reusable sorption tubes 32	32
Annex C Elution with pentane, reusable sorption tubes 37	37
Annex D Headspace analysis with benzyl alcohol 39	39
Annex E Recovery rate. 39	39
Bibliography 44	44

Vorbemerkung

Der Inhalt dieser Richtlinie ist entstanden unter Beachtung der Vorgaben und Empfehlungen der Richtlinie VDI 1000.

Alle Rechte, insbesondere die des Nachdrucks, der Fotokopie, der elektronischen Verwendung und der Übersetzung, jeweils auszugsweise oder vollständig, sind vorbehalten.

Die Nutzung dieser VDI-Richtlinie ist unter Wahrung des Urheberrechts und unter Beachtung der Lizenzbedingungen (www.vdi-richtlinien.de), die in den VDI-Merkblättern geregelt sind, möglich.

Allen, die ehrenamtlich an der Erarbeitung dieser VDI-Richtlinie mitgewirkt haben, sei gedankt.

Eine Liste der aktuell verfügbaren Blätter dieser Richtlinienreihe ist im Internet abrufbar unter www.vdi.de/2100.

Einleitung

Eine Bestimmung der Summenkonzentration organischer Stoffe ist bei Immissionsmessungen wenig informativ, da es sich meist um ein sehr komplexes Gemisch handelt, dessen einzelne Bestandteile häufig in äußerst niedrigen und sehr unterschiedlichen Konzentrationen vorliegen. Brauchbare Ergebnisse für die Beurteilung von Immissionen liefern erst die *qualitative* und *quantitative* Analyse des Gasgemischs, die im Spurenbereich jedoch mit erheblichen Schwierigkeiten verbunden ist.

Preliminary note

The content of this guideline has been developed in strict accordance with the requirements and recommendations of the guideline VDI 1000.

All rights are reserved, including those of reprinting, reproduction (photocopying, micro copying), storage in data processing systems and translation, either of the full text or of extracts.

The use of this guideline without infringement of copyright is permitted subject to the licensing conditions specified in the VDI notices (www.vdi-richtlinien.de).

We wish to express our gratitude to all honorary contributors to this guideline.

A catalogue of all available parts of this series of guidelines can be accessed on the internet at www.vdi.de/2100.

Introduction

Determining the sum concentration of organic substances in emission measurements has little informative value as these are generally very complex mixtures whose individual constituents are frequently present in very low and very different concentrations. Usable results for the assessment of emissions can only be provided by the *qualitative* and *quantitative* analysis of the gas mixture, which, however, involves considerable difficulties at trace concentrations.

Das im Folgenden beschriebene Probenahmeverfahren und das gaschromatografische Analysenverfahren ermöglichen die Bestimmung von gas- oder dampfförmigen organischen Verbindungen in der Luft im Bereich der Immissionskonzentrationen. Alle verwendeten Messgrößen und Variablen lassen sich bei diesem beschriebenen Verfahren auf SI-Einheiten zurückführen.

Stoffe in einem Siedebereich von etwa 30 °C bis 350 °C können unter Berücksichtigung der Wiederfindungsrate prinzipiell erfasst werden [1]. Es handelt sich um ein diskontinuierlich arbeitendes Verfahren mit getrennter Probenahme, Probenaufbereitung und gaschromatografischer Analyse. Die Methode ist flexibel und kann in den einzelnen Verfahrensschritten der jeweiligen Messaufgabe entsprechend variiert werden.

Die Probenahme ist einfach in der Handhabung und erfordert nur einen geringen finanziellen und apparativen Aufwand. Sie gestattet eine Variation der Messzeiten, insbesondere die Messung von Halbstundenwerten nach der Ersten Allgemeinen Verwaltungsvorschrift zum Bundes-Immissionsschutzgesetz (TA Luft). Durch Verlängerung der Probenahmedauer kann das Nachweisvermögen für Spurenkomponenten weiter verbessert werden. Die analytische Bestimmung erfolgt auf Standardgeräten, die üblicherweise in einem analytischen Laboratorium vorhanden sind.

Probenahme und gaschromatografische Analyse lassen sich für den Routineeinsatz automatisieren.

Sicherheitshinweise: Beim Umgang mit Chemikalien, z. B. Kohlenstoffdisulfid (CS₂), Druckgasflaschen usw., sind die einschlägigen Bestimmungen des Arbeitsschutzes zu beachten.

1 Anwendungsbereich

In dieser Richtlinie wird ein vollständiges Messverfahren zur Bestimmung von halogenierten und nicht halogenierten Kohlenwasserstoffen in Luft im analytischen Fenster von Pentan bis Dodecan beschrieben.

2 Grundlagen des Verfahrens

Die zu bestimmenden organischen Stoffe in der Luft werden in einem mit Aktivkohle gefüllten Rohr angereichert. Die adsorbierten Stoffe werden im Labor mit einem geeigneten Lösemittel extrahiert und analysiert. Anstelle einer Extraktion kann auch eine Lösemittel-elution oder – bei längeren Probenahmezeiten – eine Dampfraumanalyse mit einem Headspace-Probengeber erfolgen. Die analytische Trennung des Extrakts erfolgt gaschromatografisch und die Detek-

The sampling method described in the following and the gas chromatographic analysis procedure allow the detection and measurement of airborne gaseous or vaporous organic compounds in the range of the emission concentrations. All of the measured quantities and variables used in the procedures described are based on SI units.

In principle, substances within a boiling point range of around 30 °C to 350 °C can be detected under consideration of the recovery rate [1]. This is a discontinuous procedure with separate sampling, sample preparation and gas chromatographic analysis. The method is flexible and can be varied in its individual procedural steps in accordance with the respective measuring task.

Sampling is easily handled and requires only a small outlay in terms of costs and equipment. It allows a variation of the measurement times, in particular the measurement of half-hour values in accordance with the German First General Administrative Regulation for the Federal Emissions Law (TA Luft). By extending the sampling duration, the detectability of trace components can be further improved. The analytical quantification takes place on standard devices which are normally part of the equipment of any analytical laboratory.

Sampling and gas chromatographic analysis can be automated for routine operation.

Safety instructions: When handling chemicals, e.g. carbon disulphide (CS₂), pressurised gas bottles etc., the relevant industrial safety regulations must be observed.

1 Scope

This guideline describes a complete measurement procedure for quantifying halogenated and non-halogenated hydrocarbons in air in the analytical window of pentane to dodecane.

2 Basic principles of the procedure

The airborne organic substances to be measured are enriched in a tube filled with active carbon. The adsorbed substances are extracted using a suitable solvent in the laboratory and analysed. Instead of extraction, a solvent elution can be carried out or – in the case of longer sampling durations – a headspace analysis using a headspace sampler. The analytical separation of the extract is carried out by gas chromatography and the detection with an FID and/or an ECD