

VEREIN
DEUTSCHER
INGENIEURE

Messen gasförmiger Verbindungen in der Außenluft
Messen von Innenraumluftverunreinigungen
Gaschromatografische Bestimmung
organischer Verbindungen
Herstellungsverfahren von Kalibriergasen und
Kalibrierlösungen

Gaseous ambient air measurement
Indoor air pollution measurement
Gas chromatographic determination of
organic compounds
Methods of preparing calibration gases and
calibration solutions

VDI 2100

Blatt 4 / Part 4

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 standard has been subject to public scrutiny after announcement in the Bundesanzeiger (Federal Gazette).

The German version of this standard 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	2	1 Scope	2
2 Formelzeichen und Abkürzungen	4	2 Symbols and abbreviations	4
3 Herstellung von Kalibriergasen	6	3 Preparation of calibration gases	6
3.1 Allgemeines	6	3.1 General remarks	6
3.2 Kontinuierliche Injektion	7	3.2 Continuous injection	7
3.3 Statische Injektion	16	3.3 Static injection	16
3.4 Diffusion	24	3.4 Diffusion	24
4 Herstellung von Kalibrierlösungen	33	4 Preparation of calibration solutions	33
4.1 Allgemeines	33	4.1 General remarks	33
4.2 Gravimetrisch-volumetrische Herstellung	35	4.2 Gravimetric-volumetric preparation	35
4.3 Gravimetrische Herstellung	40	4.3 Gravimetric preparation	40
4.4 Volumetrisches Verfahren für die Dampfraumanalyse (Headspace-Technik)	50	4.4 Volumetric method for vapour space analysis (headspace method)	50
5 Hinweise zu qualitätssichernden Maßnahmen	57	5 Notes on quality assurance	57
5.1 Allgemeines	57	5.1 General remarks	57
5.2 Anforderungen an das Management	57	5.2 Management requirements	57
5.3 Technische Anforderungen	58	5.3 Technical requirements	58
5.4 Messunsicherheit	59	5.4 Measurement uncertainty	59
Anhang A Herstellungsverfahren von Prüfgasen	63	Annex A Methods of test gas preparation	64
Anhang B Kalibriergase aus Druckgasbehältern	65	Annex B Calibration gases from compressed-gas cylinders	65
B1 Anwendungsbereich	65	B1 Field of application	65
B2 Anwendungsbeispiele	68	B2 Application examples	68
Schrifttum	73	Bibliography	73

Kommission Reinhaltung der Luft im VDI und DIN – Normenausschuss KRdL

Fachbereich Umweltmesstechnik

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.de/richtlinien), 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

Herstellungsverfahren von Prüfgasen werden in verschiedenen internationalen Normen beschrieben (siehe Tabelle A1 in Anhang A), die in erster Linie auf die Prinzipien zur Herstellung von Prüfgasen eingehen.

Beim Kalibrieren flüchtiger organischer Verbindungen ist sehr differenziert vorzugehen. In der vorliegenden Richtlinie VDI 2100 Blatt 4 sind deshalb in der Praxis bewährte und zum Teil im benötigten Konzentrationsbereich durch Ringversuche [1] validierte Herstellungsverfahren aufgeführt, wobei nicht nur Herstellung und Einsatzbereich ausführlich erläutert werden, sondern anhand von Ausführungsbeispielen die praktische Anwendung beschrieben wird.

Die Herstellungsverfahren der Kalibriergase und Kalibrierlösungen sind Basisverfahren, die auf SI-Einheiten zurückgeführt werden können; die Konzentrationen werden als grundsätzlich richtig angesehen. Im Rahmen von Maßnahmen zur Qualitätssicherung muss jedes der beschriebenen Herstellungsverfahren gegen weitere unabhängige Referenzen oder durch Teilnahme an Ringversuchen verglichen werden, um systematische Fehler auszuschließen, die beispielsweise durch fehlerhafte Anwendung, Geräte oder Apparaturen hervorgerufen sein könnten.

1 Anwendungsbereich

Die Richtlinienreihe VDI 2100 befasst sich mit der analytischen Bestimmung flüchtiger organischer Verbindungen. Wie den Richtlinien VDI 2100 Blatt 1 bis Blatt 3 zu entnehmen ist, handelt es sich dabei um ein breites Komponentenspektrum in einem weiten

Preliminary note

The content of this standard has been developed in strict accordance with the requirements and recommendations of the standard 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 standard without infringement of copyright is permitted subject to the licensing conditions (www.vdi.de/richtlinien) specified in the VDI Notices.

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

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

Introduction

The preparation of test gases is described in various international standards (see Table A1 in Annex A), which describe primarily the principles for preparing test gases.

When calibrating for volatile organic compounds, a very differentiated approach must be used. This standard, VDI 2100 Part 4, thus presents proven preparation methods, some of which have also been validated by carrying out inter-laboratory comparisons [1] in the necessary concentration range. It not only explains about preparation and fields of application, but also gives execution examples describing practical use.

Processes for the preparation of calibration gases and calibration solutions are fundamental methods that can be traced back to SI units; the concentrations are considered fundamentally correct. As a measure of quality assurance, each of the preparation methods described shall be compared to other independent references or by taking part in inter-laboratory comparisons. This is required in order to prevent systematic errors, which may arise from incorrect use or faulty equipment.

1 Scope

The series of standards VDI 2100 deals with the analytical determination of volatile organic compounds. As set out in the standards VDI 2100 Part 1 to Part 3, this includes a wide spectrum of components within a wide range of boiling points and volatilities. Practice

Siede- und Flüchtigkeitsbereich. Die Praxis hat gezeigt, dass die Kalibrierung der eingesetzten Analyseverfahren nicht unproblematisch ist. Dabei ist von vornherein darauf zu achten, wie die Kalibrierung als Maßnahme zur Quantifizierung und Qualitätssicherung in das analytische Verfahren eingebunden ist.

Die Richtlinie VDI 2100 Blatt 4 beschreibt Herstellungsverfahren von Kalibriergasen und Kalibrierlösungen für die Messung gasförmiger organischer Verbindungen in der Außenluft oder der Innenraumluft mittels gaschromatografischer Bestimmung.

has shown that the calibration of the analytical procedures used is not without problems. Here, attention must be paid from the start to how calibration, which is a measure for quantification and quality assurance, is integrated into the analytical procedure.

The standard VDI 2100 Part 4 describes preparation methods for calibration gases and calibration solutions for the measurement of gaseous organic compounds in ambient air or indoor air by means of gas chromatographic determination.