

VEREIN
DEUTSCHER
INGENIEURE

Außenluft
Gaschromatografische Bestimmung
gasförmiger organischer Verbindungen
Grundlagen
Ambient air
Gas chromatographic determination
of gaseous organic compounds
Fundamentals

VDI 2100

Blatt 1 / Part 1

Ausg. deutsch/englisch
Issue German/English

Der Entwurf dieser Richtlinie wurde mit Ankündigung im Bundesanzeiger einem öffentlichen Einspruchsverfahren unterworfen.

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

Die deutsche Version dieser Richtlinie ist verbindlich.

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	3	1 Scope	3
2 Abkürzungen	3	2 Abbreviations	3
3 Allgemeines	4	3 General	4
4 Probenahmeverfahren	6	4 Sampling methods	6
4.1 Allgemeines	6	4.1 General	6
4.2 Probenahme ohne Anreicherung	7	4.2 Sampling without enrichment	7
4.3 Probenahme mit Anreicherung	7	4.3 Sampling with enrichment	7
4.4 Transport und Lagerung	11	4.4 Transport and storage	11
5 Probenaufbereitung und Dosierung	11	5 Sample preparation and metering	11
5.1 Allgemeines	11	5.1 General	11
5.2 Direkte Dosierung von gasförmigen Proben	12	5.2 Direct metering of gaseous samples	12
5.3 Probenaufbereitung und Dosierung von einer festen Sammelphase	12	5.3 Sample preparation and metering from a solid sample phase	12
5.4 Dosierung und Injektion	14	5.4 Metering and injection	14
6 Chromatografische Trennung	17	6 Chromatographic separation	17
6.1 Allgemeines	17	6.1 General	17
6.2 Säulentyp und -material	17	6.2 Column type and material	17
6.3 Temperaturprogrammierung	22	6.3 Temperature programming	22
6.4 Leistungskriterien	22	6.4 Performance criteria	22
7 Detektion	28	7 Detection	28
7.1 Allgemeines	28	7.1 General	28
7.2 Flammenionisationsdetektor (FID)	29	7.2 Flame ionization detector (FID)	29
7.3 Massenspektrometrischer Detektor (MD)	30	7.3 Mass spectrometry detector (MD)	30
7.4 Elektroneneinfangdetektor (ECD)	33	7.4 Electron capture detector (ECD)	33
7.5 Fotoionisationsdetektor (PID)	34	7.5 Photoionization detector (PID)	34
7.6 Schwefelspezifische Detektoren	36	7.6 Sulphur-specific detectors	36
7.7 Vergleich der Detektoren	36	7.7 Comparison of the detectors	36

VDI/DIN-Kommission Reinhaltung der Luft (KRdL) – Normenausschuss

Fachbereich Umweltmesstechnik

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

Inhalt	Seite
8 Identifizieren und Quantifizieren	37
8.1 Allgemeines	37
8.2 Identifizieren	37
8.3 Quantifizieren	37
9 Qualitätssicherung	38
9.1 Allgemeines	38
9.2 Anforderungen an das Management	39
9.3 Technische Anforderungen	39
9.4 Technische Qualitätssicherungs- maßnahmen	41
9.5 Messunsicherheit	43
10 Herstellen von Prüfgasen	44
Schriftum	46

Contents	Page
8 Identification and quantification	37
8.1 General	37
8.2 Identification	37
8.3 Quantification	37
9 Quality assurance	38
9.1 General	38
9.2 Management requirements	39
9.3 Technical requirements	39
9.4 Technical quality assurance measures	41
9.5 Measurement uncertainty	43
10 Preparation of calibration gases	44
Bibliography	46

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 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 Richtlinie mitgewirkt haben, sei gedankt.

Einleitung

Gaschromatografische Immissionsmessverfahren eignen sich zur qualitativen und quantitativen Bestimmung verdampfbarer, thermisch stabiler organischer Verbindungen, die als Einzelstoffe oder Stoffgruppen erfasst werden können. Je nach Messverfahren können Konzentrationen im Bereich von Nanogramm bis Milligramm je Kubikmeter gemessen werden. Durch die geeignete Kombination von Probenahme- und Detektionsverfahren ist es möglich, eine breite Palette von in ihren Eigenschaften sehr unterschiedlichen organischen Verbindungen zu erfassen.

In der Richtlinie VDI 2100 Blatt 1 werden die Grundlagen für die gaschromatografische Bestimmung organischer Verbindungen in der Außenluft beschrieben. Die Folgeblätter, also die Richtlinien VDI 2100 Blatt 2 bis VDI 2100 Blatt 6, spezifizieren diese allgemeinen Ausführungen.

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 specified (www.vdi.de/richtlinien) in the VDI Notices.

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

Introduction

Gas chromatographic methods are suitable for the qualitative and quantitative determination of volatile, thermally stable organic compounds in ambient air. These substances can be detected as individual compounds or groups of compounds. Depending on the measurement method, concentrations ranging from nanograms to milligrams per cubic metre can be measured. The suitable combination of sampling and detection methods allows the measurement of a wide range of organic compounds that vary greatly in their properties.

VDI 2100 Part 1 describes the basic principles of the gas chromatographic determination of organic compounds in ambient air. The subsequent parts, i.e. VDI 2100 Part 2 to Part 6, cover these general aspects in more detail.

VDI 2100 Blatt 2 beschreibt das Verfahren mit Adsorption auf Aktivkohle und Lösemitteldesorption.

VDI 2100 Blatt 3 beschreibt das Verfahren mit Adsorption auf organischen Sorbenzien und Thermodesorption.

VDI 2100 Blatt 4 behandelt Verfahren zur Kalibrierung unter dem Aspekt der Qualitätssicherung.

VDI 2100 Blatt 5 ist speziell auf die Messung der Ozon-Vorläufersubstanzen ausgerichtet.

VDI 2100 Blatt 6 gibt eine praktische Anleitung zur Bestimmung der Messunsicherheit bei der Anwendung gaschromatografischer Messverfahren.

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

In Bezug auf die Messstrategie zur Erfassung von flüchtigen organischen Verbindungen in der Innenraumluft wird auf DIN EN ISO 16000-5, in Bezug auf das Thermodesorptionsverfahren bei Innenraummessungen auf DIN ISO 16000-6 verwiesen.

1 Anwendungsbereich

Diese Richtlinie beschreibt die Grundlagen zur gaschromatografischen Bestimmung gasförmiger organischer Verbindungen in der Außenluft. Sie behandelt Probenahme- und Probenaufbereitungsverfahren, Dosierverfahren zur Injektion der Probe in den Gaschromatografen, Trenn- und Detektionsverfahren.

Weiterhin gibt sie Hinweise zur Qualitätssicherung und zur Herstellung von Prüfgasen.

Die Richtlinie ist auch für Innenraumluftmessungen geeignet.

2 Abkürzungen

In dieser Richtlinie werden die nachfolgend aufgeführten Abkürzungen verwendet:

AE	Absorptionseinheit
BT(E)X	Benzol, Toluol, (Ethylbenzol,) Xylol
CKW	Chlorkohlenwasserstoffe
ECD	Elektroneneinfangdetektor
FCKW	Fluorchlorkohlenwasserstoffe
FEP	perfluoriertes Ethen/Propen-Copolymer
FID	Flammenionisationsdetektor
GC	Gaschromatografie
HETP	Trennstufenhöhe

VDI 2100 Part 2 describes the adsorption method using activated carbon and solvent desorption.

VDI 2100 Part 3 describes the adsorption method using organic sorbents and thermodesorption.

VDI 2100 Part 4 deals with calibration methods in the context of quality assurance.

VDI 2100 Part 5 focuses in particular on the measurement of ozone precursors.

VDI 2100 Part 6 provides a practical guide on how to determine the measurement uncertainty when using gas chromatography methods.

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

With regard to the measurement strategy for detecting volatile organic compounds in indoor air, reference is made to DIN EN ISO 16000-5; with regard to the thermodesorption method for indoor air measurements, reference is made to DIN ISO 16000-6.

1 Scope

This standard describes the basic principles for the gas chromatographic determination of gaseous organic compounds in ambient air. This standard covers sampling and sample processing methods, metering methods for injecting the sample into the gas chromatograph, separation methods, and detection methods.

This standard further provides information on quality assurance and on the preparation of test gases.

This standard is also suitable for indoor air measurements.

2 Abbreviations

The following abbreviations are used throughout this standard:

AU	absorption unit
BT(E)X	benzene, toluene, (ethylbenzene,) xylene
CHCs	chlorinated hydrocarbons
ECD	electron capture detector
CFCs	chlorofluorocarbons
FEP	fluorinated ethylene propylene copolymer
FID	flame ionization detector
GC	gas chromatography
HETP	height equivalent to a theoretical plate

IUPAC	Internationale Union für reine und angewandte Chemie	IUPAC	International Union of Pure and Applied Chemistry
MD	massenspektrometrischer Detektor	MD	mass spectrometry detector
MID	Multiionendetektion	MID	multiple ion detection
MS	Massenspektrometer	MS	mass spectrometer
PAH	polycyclische aromatische Kohlenwasserstoffe	PAHs	polycyclic aromatic hydrocarbons
PCB	polychlorierte Biphenyle	PCBs	polychlorinated biphenyls
PFA	Perfluoralkoxy-Verbindungen	PFA	perfluoroalkoxy compounds
PID	Fotoionisationsdetektor	PID	photo ionization detector
PLOT	Schichtkapillarsäule	PLOT	porous layer open tubular column
PU	Polyurethan	PU	polyurethane
SIM	Einzelionendetektion	SIM	single ion monitoring
TIC	Gesamt-Ionenstrom	TIC	total ion current
TZ	Trennzahl	TZ	separation number
VOC	flüchtige organische Verbindungen	VOCs	volatile organic compounds
WCOT	Filmkapillarsäule	WCOT	wall coated open tubular column

3 Allgemeines

Luftverunreinigungen durch organische Verbindungen entstehen insbesondere in der näheren Umgebung industrieller Anlagen und in den Siedlungsräumen der Ballungsgebiete, z. B. aus folgenden Quellen:

- Außenluft
 - Anlagen zur Herstellung und Verarbeitung chemischer Produkte
 - Anlagen zur Verarbeitung, zum Transport und zur Lagerung von Mineralöl und Folgeprodukten
 - Kraftfahrzeuge
 - Anlagen zur Energieerzeugung
 - industrielle und häusliche Feuerungsanlagen, insbesondere Holzfeuerungen
 - kleingewerbliche Betriebe
 - landwirtschaftliche Betriebe
- Innenraumluft
 - Möbel, Bodenbeläge und Wandbehänge
 - Baustoffe
 - Tapeten und Anstriche
 - Haushaltschemikalien
 - Textilien
 - Tabakrauch
 - raumluftechnische Anlagen
 - offene Feuerstellen und Gasherde

3 General

Air pollution due to volatile organic compounds in ambient and in indoor air arises especially close to industrial plants and in agglomerations, e.g. from the following sources:

- ambient air
 - plants for the production and processing of chemical products
 - plants for the processing, transport and storage of mineral oil and its products
 - motor vehicles
 - power stations
 - industrial and domestic furnaces, especially wood firing
 - small-scale industrial enterprises
 - agricultural enterprises
- indoor air
 - furniture, floor coverings and wall hangings
 - building materials
 - carpets and paints
 - household chemicals
 - textiles
 - tobacco smoke
 - heating, ventilation and air conditioning systems
 - open fires and gas ovens

Darüber hinaus ist eine gewisse Grundbelastung durch natürliche Quellen gegeben. Durch fotochemische und andere Reaktionen können aus den primär in der Luft vorhandenen organischen Verbindungen zusätzlich noch andere Komponenten entstehen.

Die Bestimmung der Summenkonzentration organischer Substanzen ist im Allgemeinen wenig informativ, da die Konzentration von hygienisch relevanten Einzelkomponenten in dem unter Umständen komplexen Substanzgemisch um mehrere Größenordnungen unter der Summenkonzentration liegen kann. Brauchbare Ergebnisse für die Beurteilung der Immissionen liefert erst die qualitative und quantitative Analyse der Luftprobe, wobei häufig eine Anreicherung der organischen Spurenkomponenten erforderlich ist.

Sofern eine organische Verbindung über einen entsprechend niedrigen Siedepunkt bzw. über einen entsprechend hohen Dampfdruck verfügt, ist sie in der Luft im gasförmigen Zustand vorhanden und mit den in dieser Richtlinie beschriebenen Verfahren messbar. Zu diesen Verbindungen werden Substanzen mit einem Siedepunkt bis etwa 290 °C gezählt (Bereich der Lösemittel). Verbindungen mit höheren Siedepunkten können in der Regel nicht mit diesen Verfahren gemessen werden.

Hochsiedende Verbindungen sind überwiegend an Staubpartikel gebunden und werden zur Probenahme auf Filtern, z.B. Glasfaserfiltern, abgeschieden. Es gibt jedoch einen Siedepunktbereich, in dem die Verbindungen zwar an Partikeln adsorbiert sind, der Dampfdruck aber noch ausreicht, um sie teilweise in die Gasphase zu überführen. Der Übergangsbereich ist fließend, da der Dampfdruck eine Funktion der Temperatur ist. Besonders bei niedrigen Außentemperaturen (Winter) kann der partikelgebundene Bereich bereits ab einem Siedepunkt von etwa 250 °C oder sogar darunter beginnen. Die Probenahme von Verbindungen, die sowohl partikelgebunden als auch gasförmig vorliegen, erfolgt über ein Filter, dem eine Patrone mit PU-Schaum oder XAD[®]-Harz nachgeschaltet ist.

Furthermore, there is a certain background pollution from natural sources. Additionally, further components can be formed by photochemical and other reactions from these organic compounds initially present in the air.

The determination of the total concentration of organic substances is generally not very useful, since the concentration of individual components, which are of relevance to health, in the sometimes complex substance mixtures is generally several orders of magnitude lower than the total concentration. Therefore, only qualitative and quantitative analysis of the mixture provides useful results for assessing the air quality, frequently requiring enrichment of the organic trace components.

An organic compound with an appropriately low boiling point or an appropriately high vapour pressure is present in the gaseous state in the ambient air and can be measured using the methods described in this standard. Such compounds include those having a boiling point up to about 290 °C (range of solvents). Compounds with higher boiling points can usually not be measured with these methods.

High-boiling compounds are predominantly bound to dust particles and are sampled by removal on filters, e.g. glass fibre filters. There is an intermediate range in which, although the components are adsorbed on particles, the vapour pressure is still sufficient for partial transition to the gas phase. Since the vapour pressure is a function of temperature, the transition region is variable. Particularly at low ambient temperatures (winter), the particle-bound range can begin as low as at a boiling point of 250 °C or even below. Compounds which are present in both the particle bound and vaporous states are sampled via a filter and a downstream cartridge containing PU foam or XAD[®] resin.