

VEREIN  
DEUTSCHER  
INGENIEURE

Messen gasförmiger Verbindungen in der Außenluft  
Messen von Innenraumluftverunreinigungen  
Gaschromatografische Bestimmung  
organischer Verbindungen  
Praktische Anleitung zur Bestimmung der Messunsicherheit

VDI 2100

Blatt 6 / Part 6

Determination of gaseous compounds in ambient air  
Determination of indoor air pollutants

Gas chromatographic determination  
of organic compounds

Practical instructions for the determination  
of the measurement uncertainty

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
<b>1 Anwendungsbereich . . . . .</b>	<b>3</b>	<b>1 Scope . . . . .</b>	<b>3</b>
<b>2 Normative Verweise . . . . .</b>	<b>4</b>	<b>2 Normative Verweise . . . . .</b>	<b>4</b>
<b>3 Begriffe . . . . .</b>	<b>4</b>	<b>3 Terms and definitions . . . . .</b>	<b>4</b>
3.1 Begriffe der Statistik . . . . .	4	3.1 Statistical terms and definitions . . . . .	4
3.2 Verteilungen . . . . .	5	3.2 Distributions . . . . .	5
3.3 Begriffe der Messtechnik . . . . .	7	3.3 Terms and definitions in measurement technology . . . . .	7
<b>4 Formelzeichen und Abkürzungen . . . . .</b>	<b>12</b>	<b>4 Symbols and abbreviations . . . . .</b>	<b>12</b>
<b>5 Grundlagen . . . . .</b>	<b>15</b>	<b>5 Fundamentals . . . . .</b>	<b>15</b>
5.1 Allgemeine Grundlagen . . . . .	15	5.1 General principles . . . . .	15
5.2 Grundlagen der Quantifizierung . . . . .	16	5.2 Basic principles of quantification . . . . .	16
5.3 Vorgehensweise . . . . .	20	5.3 Procedure . . . . .	20
<b>6 Gaschromatografische Messung und Ermittlung der Messunsicherheit . . . . .</b>	<b>22</b>	<b>6 Gas chromatographic measurement and determination of the measurement uncertainty . . . . .</b>	<b>22</b>
6.1 Beschreibung des Verfahrens und Spezifizierung der Messgröße . . . . .	22	6.1 Description of the procedure and specification of the measurand . . . . .	22
6.2 Identifizierung der Unsicherheitsquellen . . . . .	23	6.2 Identification of the uncertainty sources . . . . .	23
6.3 Quantifizierung der Unsicherheitsquellen und Aufstellen der Modellgleichung . . . . .	29	6.3 Quantification of the uncertainty sources and setting up of the model equation . . . . .	29
6.4 Berechnung . . . . .	30	6.4 Calculation . . . . .	30
<b>7 Zusammenfassung . . . . .</b>	<b>32</b>	<b>7 Summary . . . . .</b>	<b>32</b>

Kommission Reinhaltung der Luft im VDI und DIN – Normenausschuss KRdL

Fachbereich Umweltmesstechnik

	Seite
<b>Anhang A</b> Ausführungsbeispiele . . . . .	34
A1 Allgemeines. . . . .	34
A2 Thermodesorption, direkter Ansatz. . . . .	34
A3 Lösemittelextraktion, indirekter Ansatz . . . . .	46
A4 Lösemittelextraktion, direkter Ansatz . . . . .	56
A5 Automatische Messeinrichtungen, Kombination von direktem und indirektem Ansatz. . . . .	61
A6 Ringversuche . . . . .	70
<b>Anhang B</b> Benennungsindex . . . . .	82
Schrifttum . . . . .	83

	Page
<b>Annex A</b> Execution examples. . . . .	34
A1 General . . . . .	34
A2 Thermal desorption, direct approach. . . . .	34
A3 Solvent extraction, indirect approach . . . . .	46
A4 Solvent extraction, direct approach . . . . .	56
A5 Automatic measurement systems, combination of direct and indirect approach . . . . .	61
A6 Round robin tests. . . . .	70
<b>Annex B</b> Term index . . . . .	82
Bibliography . . . . .	83

### Vorbemerkung

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

### Preliminary note

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

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](http://www.vdi.de/2100).

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](http://www.vdi.de/2100).

### Einleitung

Die Messunsicherheit, mit der jeder Messwert behaftet ist, ist ein Maß für die Qualität eines Messergebnisses und einer Prüfmethode.

Häufig soll der Messwert mit einem Grenzwert verglichen werden. Liegt er sehr nahe an diesem Grenzwert, ist das Risiko einer Falschbewertung hoch. Gerade in diesem Fall ist die Messunsicherheit die Voraussetzung zur Einschätzung dieses Risikos.

Grundsätzlich wird die erforderliche Messunsicherheit durch die Messaufgabe vorgegeben. Messergebnisse müssen daher nicht so genau wie möglich, sondern so genau wie nötig sein. Ergibt beispielsweise eine qualifizierte Schätzung eine Messunsicherheit deutlich unter einer Anforderung, ist eine genauere Ermittlung der Messunsicherheit nicht nötig. Liegt

### Introduction

The measurement uncertainty that is inherent to every measured value is a measure of the quality of a measurement result and of a test method.

Often the measured value has to be compared with a limit value. If it is very close to this limit value, there is a high risk of false evaluation. In this case particularly, the measurement uncertainty is a prerequisite for the estimation of this risk.

In principle, the required measurement uncertainty depends on the measurement task. Measurement results do not, therefore, have to be as precise as possible but as precise as necessary. If, for example, a qualified estimate results in a measurement uncertainty substantially lower than required, a more accurate determination of the measurement uncertainty is

dagegen der ermittelte Wert der Messunsicherheit in der Nähe des maximal erlaubten Werts, so ist die Ermittlung der Messunsicherheit besonders sorgfältig durchzuführen.

Der Betrag der Messunsicherheit hängt von allen Einflussgrößen des gesamten Messverfahrens ab.

Die Angabe von Schadstoffkonzentrationen in Luft erfordert daher in der Regel auch Angaben zur Messunsicherheit. So gibt beispielsweise die EU in ihren Richtlinien zur Luftqualität (96/62/EG; 2000/69/EG) sogenannte Datenqualitätsziele vor. Diese beinhalten unter anderem maximale Messunsicherheiten, die im Bereich der jeweiligen Grenzwerte nicht überschritten werden dürfen.

Darüber hinaus erfordert jede Validierung von Messverfahren die Ermittlung der Messunsicherheit. Nach DIN EN ISO/IEC 17025 akkreditierte Laboratorien sind grundsätzlich ebenfalls verpflichtet, die Messunsicherheit der eingesetzten Verfahren zu ermitteln.

Einen allgemeinen Ansatz zur Erfassung und Berechnung der Messunsicherheit gibt der Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen (DIN V ENV 13005), aufgrund seines englischen Titels „Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement“ kurz GUM genannt. Dort werden die mathematischen Zusammenhänge aufgezeigt und beschrieben.

Der EURACHEM/CITAC-Leitfaden „Ermittlung der Messunsicherheit bei analytischen Messungen“ [1] enthält ergänzende praktische Anleitungen für analytische Messungen.

## 1 Anwendungsbereich

Diese Richtlinie gibt eine praktische Anleitung für Anwender, auf einfache Art und Weise die Messunsicherheit ihrer eingesetzten Analysemethoden zu bestimmen. Hierzu werden Untersuchungsmethoden aus den nachstehend aufgeführten Blättern der Richtlinienreihe VDI 2100 verwendet:

- Blatt 2 Aktive Probenahme durch Anreicherung auf Aktivkohle; Lösemittlextraktion
- Blatt 3 Aktive Probenahme durch Anreicherung auf Sorbenzien; Thermodesorption
- Blatt 5 Messen von leichtflüchtigen Verbindungen, insbesondere Ozon-Vorläufersubstanzen

Dieser Abschnitt impliziert, dass alle analytischen Methoden, die in dieser Richtlinie behandelt werden, in einem vollständig dokumentierten Verfahren eingeführt worden sind. Jeder allgemeine Bezug zu analytischen Methoden setzt das Vorhandensein solcher

not necessary. If, on the other hand, the determined value of the measurement uncertainty is close to the maximum permitted value, the measurement uncertainty has to be determined with special care.

The amount of the measurement uncertainty depends on all of the influencing factors of the overall measurement method.

The determination of pollutant concentrations in air thus generally requires data on measurement uncertainty. In its air quality directives (96/62/EG; 2000/69/EG) the EU specifies so-called data quality targets. These contain, among other things, maximum measurement uncertainties which may not be exceeded in the range of the respective limit values.

In addition to this, every validation of measurement procedures requires the determination of the measurement uncertainty. Laboratories accredited according to DIN EN ISO/IEC 17025 are also obliged in principle to determine the measurement uncertainty of the procedures used.

DIN V ENV 13005, the “Guide to the expression of uncertainty in measurement” (GUM) sets out a general approach for the identification and calculation of measurement uncertainty. The mathematical relations are identified and described.

The EURACHEM/CITAC Guide “Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement” [1] contains further practical instructions for analytical measurements.

## 1 Scope

This guideline provides practical instructions for the users to determine in a simple manner the measurement uncertainty of the analysis methods they are using. Analysis methods from the following parts of the series of guidelines VDI 2100 are used for this purpose:

- Part 2 Active sampling by accumulation on activated charcoal; Solvent extraction
- Part 3 Active sampling by accumulation on sorbents; Thermal desorption
- Part 5 Determination of volatile compounds, especially ozone precursors

This section implies that all of the analytical methods dealt with in this guideline have been introduced in a fully documented procedure. Any general reference to analytical methods requires that such methods exist. Strictly speaking, the measurement uncertainty