

VEREIN
DEUTSCHER
INGENIEURE

Messen gasförmiger Verbindungen in der Außenluft
Messen von Innenraumlftverunreinigungen
Gaschromatographische Bestimmung organischer Verbindungen
Kalibrierverfahren als Maßnahme zur Qualitätssicherung

VDI 2100

Blatt 4 / Part 4

Gaseous ambient air measurement
Indoor air pollution measurement
Gas chromatographic determination of organic compounds
Calibration procedures as a measure for quality assurance

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	3	Introduction	3
1 Problemfeld	4	1 Problem area	4
2 Kalibrierverfahren mit Gasen	6	2 Calibration methods with gases	6
2.1 Allgemeines	6	2.1 General remarks	6
2.2 Kontinuierliche Injektion	6	2.2 Continuous injection	6
2.3 Statische Injektion	15	2.3 Static injection	15
2.4 Permeation	23	2.4 Permeation	23
2.5 Diffusion	30	2.5 Diffusion	30
2.6 Kalibriergase aus Druckgasbehältern	37	2.6 Calibration gases from pressurized gas cylinders	37
3 Kalibrierverfahren mit Lösungen	52	3 Calibration procedure with solutions	52
3.1 Allgemeines	52	3.1 General remarks	52
3.2 Gravimetrisch/volumetrische Herstellung	53	3.2 Gravimetric/volumetric preparation	53
3.3 Gravimetrische Herstellung	59	3.3 Gravimetric preparation	59
3.4 Volumetrisches Verfahren für die Dampfraumanalyse (Headspace-Technik)	68	3.4 Volumetric procedure for the head-space analysis	68
4 Hinweise zu qualitätssichernden Maßnahmen	75	4 Notes on quality assurance measures	75
4.1 Allgemeines	75	4.1 General remarks	75
4.2 Messunsicherheit	76	4.2 Measurement uncertainty	76
Anhang Abkürzungen	79	Annex Abbreviations	79
Schrifttum	80	Bibliography	80

Kommission Reinhaltung der Luft im VDI und DIN – Normenausschuss KRdL

Arbeitsgruppe Messen organischer Verbindungen
Ausschuss Immissionsmessverfahren

Vorbemerkung

In der Kommission Reinhaltung der Luft im VDI und DIN – Normenausschuss KRdL – erarbeiten Fachleute aus Wissenschaft, Industrie und Verwaltung in freiwilliger Selbstverantwortung VDI-Richtlinien und DIN-Normen zum Umweltschutz. Diese beschreiben den Stand der Technik bzw. den Stand der Wissenschaft in der Bundesrepublik Deutschland und dienen als Entscheidungshilfen bei der Erarbeitung und Anwendung von Rechts- und Verwaltungsvorschriften. Die Arbeitsergebnisse der KRdL fließen ferner als gemeinsamer deutscher Standpunkt in die europäische technische Regelsetzung bei CEN (Europäisches Komitee für Normung) und in die internationale technische Regelsetzung bei ISO (Internationale Organisation für Normung) ein.

Folgende Themenschwerpunkte werden in vier Fachbereichen behandelt:

Fachbereich I

„Umweltschutztechnik“

Produktionsintegrierter Umweltschutz; Verfahren und Einrichtungen zur Emissionsminderung; ganzheitliche Betrachtung von Emissionsminderungsmaßnahmen unter Berücksichtigung von Luft, Wasser und Boden; Emissionswerte für Stäube und Gase; anlagenbezogene messtechnische Anleitungen; Umweltschutzkostenrechnung

Fachbereich II „Umweltmeteorologie“

Ausbreitung von Luftverunreinigungen in der Atmosphäre; störfallbedingte Freisetzungen; mikro- und mesoskalige Windfeldmodelle; Wechselwirkung zwischen Atmosphäre und Oberflächen; meteorologische Messungen; angewandte Klimatologie; Lufthygienekarten; human-biometeorologische Bewertung von Klima und Lufthygiene; Übertragung meteorologischer Daten

Fachbereich III „Umweltqualität“

Wirkung von Luftverunreinigungen auf Mensch, Tier, Pflanze, Boden, Werkstoffe und Atmosphäre; wirkungsbezogene Mess- und Erhebungsverfahren; Erfassung und Wirkung mikrobieller Luftverunreinigungen; Olfaktometrie; Umweltsimulation

Fachbereich IV

„Umweltmesstechnik“

Emissions- und Immissionsmesstechnik für anorganische und organische Gase sowie für Partikel; optische Fernmessverfahren; Messen von Innenraumlufthverunreinigungen; Messen von Bodenuftverunreinigungen; Verfahren zur Herstellung von Referenzmaterialien; Prüfpläne für Messgeräte; Validierungsverfahren; Messplanung; Aus-

Preliminary note

In the Commission on Air Pollution Prevention of VDI and DIN – Standards Committee KRdL – experts from science, industry and administration, acting on their own responsibility, establish VDI guidelines and DIN standards in the field of environmental protection. These describe the state of the art in science and technology in the Federal Republic of Germany and serve as a decision-making aid in the preparatory stages of legislation and application of legal regulations and ordinances. KRdL's working results are also considered as the common German point of view in the establishment of technical rules on the European level by CEN (European Committee for Standardization) and on the international level by ISO (International Organization for Standardization).

The following topics are dealt with in four subdivisions:

Subdivision I

„Environmental Protection Techniques“

Integrated pollution prevention and control for installations; procedures and installations for emission control; overall consideration of measures for emission control with consideration given to the air, water and soil; emission limits for dusts and gases; plant-related measurement instructions; environmental industrial cost accounting

Subdivision II „Environmental Meteorology“

Dispersion of pollutants in the atmosphere; emissions from accidental releases; micro- and meso-scale wind field models; interaction between the atmosphere and surfaces; meteorological measurements; applied climatology; air pollution maps; human-biometeorological evaluation of climate and air hygiene; transfer of meteorological data

Subdivision III „Environmental Quality“

Effects of air pollutants on man, farm animals, vegetation, soil, materials, and the atmosphere; methods for the measurement and evaluation of effects; determination of microbial air pollutants and their effects; olfactometry; environmental simulation

Subdivision IV

„Environmental Measurement Techniques“

Techniques for emission and ambient air measurements of inorganic and organic gases as well as particulate matter; optical open-path measurement methods; measurement of indoor air pollutants, measurement of soil air pollutants; procedures for establishing reference material; test procedures for measurement devices; validation procedures;

werteverfahren; Qualitätssicherung

measurement planning; evaluation methods; quality assurance

Die Richtlinien und Normen werden zunächst als Entwurf veröffentlicht. Durch Ankündigung im Bundesanzeiger und in der Fachpresse erhalten alle interessierten Kreise die Möglichkeit, sich an einem öffentlichen Einspruchsverfahren zu beteiligen. Durch dieses Verfahren wird sichergestellt, dass unterschiedliche Meinungen vor Veröffentlichung der endgültigen Fassung berücksichtigt werden können.

The guidelines and standards are first published as drafts. These are announced in the Bundesanzeiger (Federal Gazette) and in professional publications in order to give all interested parties the opportunity to participate in an official objection procedure. This procedure ensures that differing opinions can be considered before the final version is published.

Die Richtlinien und Normen sind in den sechs Bänden des VDI/DIN-Handbuches Reinhaltung der Luft zusammengefasst.

The guidelines and standards are published in the six-volume VDI/DIN Reinhaltung der Luft (Air Pollution Prevention) manual.

Einleitung

Introduction

Das VDI/DIN-Handbuch „Reinhaltung der Luft“ enthält im Band 5 mit der Richtlinienreihe VDI 3490 eine ganze Reihe von Verfahren zur Herstellung von Prüfgasen (siehe Tabelle 1). Die dort aufgeführten Richtlinien-Blätter beschreiben in erster Linie Prinzipien zur Herstellung von Prüfgasen.

In Volume 5, the VDI/DIN manual "Air Pollution Prevention" contains a wide range of procedures for the preparation of test gases (see Table 1), subject to the guideline VDI 3490. The parts listed there primarily describe the principles for the preparation of test gases.

Beim Aufweisen des Problemfelds (siehe Abschnitt 1) wird deutlich, dass beim Kalibrieren der flüchtigen organischen Verbindungen sehr differenziert vorzugehen ist. Im vorliegenden Blatt sind deshalb in der Praxis bewährte und zum Teil im benötigten Konzentrationsbereich durch Ringversuche [L1] validierte

When demonstrating the problem area (see Section 1) it becomes clear that very different actions must be taken when calibrating the volatile organic compounds. For this reason, tried and trusted and, to some extent, processes validated in practice by inter-laboratory tests [L1] in the necessary concentration range

Tabelle 1. Übersicht über bisher beschriebene Herstellungsverfahren von Prüfgasen

Methode	VDI 3490 Blatt	Komponenten	Massenkonzentration	Weitere Verdünnung nach VDI 3490 Blatt	Bemerkung
Gravimetrische Verfahren	4				
Gasmischpumpe	6	C ₁ bis C ₄	< 1 %	6, 7	auch für Vorgemische
Periodische Injektion	7	C ₁ bis C ₄	0,1 bis 10 ⁵ mg/m ³		auch für Vorgemische
Kontinuierliche Injektion	8	C ₁ bis C ₁₀	> 1 mg/m ³	6, 7, 16, 17	
Permeation	9	C₃ bis C₁₀	10⁻³ bis 10² mg/m³		
Kapillardosierer	10	C₁ bis C₈	10⁻³ bis 10⁴ mg/m³		auch für Vorgemische
Volumetrisch-statische Injektion	11, 14	C₁ bis C₁₀	> 0,1 mg/m³	6, 7, 10, 16, 17 und [L1]	
Manometrisch	12	C ₁ bis C ₈	> 1 mg/m ³	6, 7, 10, 16, 17	
Sättigungsmethode	13	ab C ₅	> 1 %	6, 7, 10, 16, 17	
Gasdichtewaage	15	KW mit rel. Dichte >>1	> 1 %		
Diffusionsverfahren	[L1]	BTX	> 1 mg/m³	6, 7, 10	
Blendenmischstrecke	16	C₁ bis C₁₀			Vorgemisch notwendig
Thermische Massenstromregler	17	C₁ bis C₁₀			Vorgemisch notwendig

Häufig verwendete Verfahren sind durch Fettdruck hervorgehoben.