

VEREIN  
DEUTSCHER  
INGENIEURE

Messen gasförmiger Emissionen  
Chromatographische Bestimmung organischer Verbindungen  
Grundlagen

VDI 2457

Blatt 1 / Part 1

Gaseous emission measurement  
Chromatographic determination of organic compounds  
Fundamentals

Ausg. deutsch/englisch  
Issue German/English

*Der Entwurf der 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).  
No guarantee can be given with respect to the English translation. The German version of this Guideline shall be taken as authoritative.*



Inhalt	Seite	Contents	Page
Vorbemerkung . . . . .	2	Preliminary remark . . . . .	2
<b>1 Grundlagen des Verfahrens . . . . .</b>	<b>3</b>	<b>1 Principle of the method . . . . .</b>	<b>3</b>
<b>2 Probenahme . . . . .</b>	<b>8</b>	<b>2 Sampling . . . . .</b>	<b>8</b>
2.1 Probenahme ohne Anreicherung . . . . .	10	2.1 Sampling without preconcentration . . . . .	10
2.2 Probenahme mit Anreicherung . . . . .	12	2.2 Sampling with preconcentration . . . . .	12
<b>3 Probenaufbereitung und Probendosierung . . . . .</b>	<b>15</b>	<b>3 Sample preparation and injection . . . . .</b>	<b>15</b>
3.1 Probenaufbereitung . . . . .	15	3.1 Sample preparation . . . . .	15
3.2 Probendosierung . . . . .	15	3.2 Sample injection . . . . .	15
<b>4 Kalibrieren . . . . .</b>	<b>16</b>	<b>4 Calibration . . . . .</b>	<b>16</b>
4.1 Kalibrieren des chromatographischen Teilschrittes . . . . .	17	4.1 Calibration of chromatographic step . . . . .	17
4.2 Bestimmen der Wiederfindungsrate . . . . .	20	4.2 Determination of recovery rates . . . . .	20
4.3 Kalibrierung für Verfahren mit Probenahme ohne Anreicherung . . . . .	21	4.3 Calibration of sampling methods without preconcentration . . . . .	21
<b>5 Auswertung . . . . .</b>	<b>21</b>	<b>5 Evaluation . . . . .</b>	<b>21</b>
5.1 Qualitative Auswertung . . . . .	21	5.1 Qualitative evaluation . . . . .	21
5.2 Quantitative Auswertung . . . . .	22	5.2 Quantitative evaluation . . . . .	22
5.3 Fehlermöglichkeiten . . . . .	23	5.3 Possible errors . . . . .	23
Schrifttum . . . . .	23	References . . . . .	23

Kommission Reinhaltung der Luft (KRdL) im VDI und DIN

Arbeitsgruppe Mehrkomponentenmessung organischer Verbindungen – Chromatographische Verfahren  
im Ausschuß Emissionsmeßverfahren

VDI/DIN-Handbuch Reinhaltung der Luft, Band 5

### Vorbemerkung

Die Richtlinie VDI 2457 gibt Anleitungen zur Messung der Emissionskonzentrationen luftverunreinigender organischer Verbindungen. Sie ist in mehrere Blätter aufgeteilt. Das vorliegende Blatt 1 ersetzt den Entwurf vom September 1996. Es behandelt die Grundlagen der Probenahme und der chromatographischen Bestimmung für die zu untersuchenden Verbindungen. Die Folgeblätter beschreiben Anwendungsbeispiele erprobter Verfahren, die sich vornehmlich an der Probenahmetechnik orientieren. Die einzelnen Blätter der Richtlinie VDI 2457 werden im Bundesanzeiger und in einschlägigen Fachzeitschriften angekündigt. Sie werden in gewissen Abständen dem jeweiligen Stand der Technik angepaßt.

Bei der Herstellung und Verwendung organischer Stoffe entstehen meist Abgase, die organische Komponenten in Gasform, als Stäube und/oder Aerosole enthalten. Zur Überwachung und Kontrolle des gasförmigen Anteils derartiger Emissionen – z.B. im Hinblick auf die Richtlinie VDI 2280 [1] – ist es notwendig, die Konzentration gasförmiger organischer Verbindungen im Abgas zu bestimmen.

Die Chromatographie ist für eine qualitative und quantitative Bestimmung dieser Stoffe nach vorausgegangener Probenahme geeignet. Diese Analyse-methode bietet durch hohe Trennleistung besondere Vorteile, da die Konzentrationen einzelner Komponenten auch in Gemischen gemessen werden können. Einzelne Verfahren können für unterschiedliche Meßaufgaben eingesetzt werden. Störungen durch Querempfindlichkeiten lassen sich durch geeignete Wahl der Trennsäulen oder durch selektive Detektoren weitgehend ausschließen.

Für die qualitative und quantitative Auswertung werden die Chromatogramme mit denen bekannter Substanzen oder von Gemischen bekannter Zusammensetzung verglichen. Bei Emissionsmessungen sind die im Abgas enthaltenen Stoffe häufig bekannt, oder die zu bestimmenden Substanzen sind durch behördliche Auflagen vorgegeben. Anderenfalls sind sie als Arbeits- oder Einsatzstoffe zugänglich, so daß durch Voruntersuchungen, wie z.B. destillative Abtrennung der Lösemittel, Informationen über die Art der Emission zu erhalten sind. Es ist jedoch zu beachten, daß sich die Zusammensetzung der Abgase durch höhere Verarbeitungstemperaturen oder andere Einflüsse (z.B. Folgereaktionen, Krackprozesse, Oxidationen) verändern kann. Bisweilen können bei der chromatographischen Analyse unerwartete Emissionskomponenten erkannt und ggf. bestimmt werden.

Bei Emissionsmessungen sind gemäß Aufgabenstellung im allgemeinen Konzentrationen organischer Verbindungen im Bereich von etwa 1 bis 150 mg/m<sup>3</sup>

### Preliminary remark

Guideline VDI 2457 is divided into several parts and provides guidance on measuring the concentrations of emissions of organic compounds which pollute the atmosphere. This part replaces the draft dated September 1996 and deals with collecting samples of the compounds to be examined and performing chromatographic determinations. The subsequent parts describe examples of the application of tried and tested methods and are primarily concerned with sampling procedures. The publication of the individual parts of the VDI 2457 Guideline is reported in the German Federal Gazette and in appropriate specialist journals. They are updated at certain intervals.

The preparation and use of organic substances generally results in waste gases containing organic components in gaseous form, as dusts and/or aerosols. Monitoring and controlling the gaseous part of such emissions (for example, in relation to Guideline VDI 2280 [1]) make it necessary to determine the concentration of gaseous compounds in the waste gas.

Chromatography is suitable for the qualitative and quantitative determination of these substances after sampling and its high separation efficiency offers particular advantages since the concentrations of individual components can also be measured in mixtures. Individual methods can be used for different analytical purposes and interferences due to cross-sensitivities can largely be eliminated by choosing the appropriate separation columns or using selective detectors.

For qualitative and quantitative evaluation, the chromatograms are compared with those of known substances or of mixtures of known composition. When emissions are being measured, the substances in the waste gas are frequently known or the substances to be determined are stipulated by official requirements. If not, they are available as working substances or feedstocks so that information about the nature of the emission can be obtained by preliminary investigations, such as removal of the solvents by distillation. However, it must be borne in mind that the composition of waste gases may be altered as a result of higher processing temperatures or other factors (for example, subsequent reactions, cracking processes, oxidation). Unexpected emission components may sometimes be detected and possibly determined in the chromatographic analysis.

The type of problem encountered in emission measurements generally requires concentrations of organic compounds ranging from about 1 to 150 mg/m<sup>3</sup>