ICS 13.040.30

VDI-RICHTLINIEN

September 2012

VEREIN DEUTSCHER INGENIEURE

Messen von Innenraumluftverunreinigungen
Messen von Phthalaten mit GC/MS

Measurement of indoor air pollution
Measurement of phthalates with GC/MS

VDI 4301

Blatt 6 / Part 6

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

Vorbemerkung 3
Einleitung 3
1 Anwendungsbereich 4
2 Normative Verweise 5
3 Grundlagen 5
3.1 Eigenschaften und Vorkommen 5
3.2 Freisetzung, Umweltverhalten und Exposition 8
3.3 Gesetzliche Regelungen 9
4 Innenraumluft 9
4.1 Messplanung und Qualitätssicherung 9
4.2 Probenahme durch Adsorption mit anschließender Thermodesorption 10
4.3 Probenahme durch Adsorption mit anschließender Lösemittelextraktion 12
5 Kalibrierung 15
5.1 Kalibrierung des Thermodesorptionsverfahrens (TDS-Ausführungsbeispiel) . . . 16
5.2 Kalibrierung des Lösemittelextraktionsverfahrens (Florisil®-Ausführungsbeispiel) . 17
6 Identifizierung und Quantifizierung 19
6.1 Gaschromatografie 19
6.2 Massenspektrometrische Analyse 20

Contents Page

Preliminary note 3
Introduction 3
1 Scope 4
2 Normative references 5
3 Fundamentals 5
3.1 Properties and occurrence 5
3.2 Release, environmental behavior and exposure 8
3.3 Legislative regulations 9
4 Indoor air 9
4.1 Measurement planning and quality assurance 9
4.2 Sampling by adsorption with subsequent thermal desorption 10
4.3 Sampling by adsorption and subsequent solvent extraction 12
5 Calibration 15
5.1 Calibration of the thermal desorption methods (practical example for TDS) . . . 16
5.2 Calibration of the solvent extraction method (practical example for Florisil®) . . 17
6 Identification and quantification 19
6.1 Gas chromatography 19
6.2 Mass spectrometric analysis 20

Kommission Reinhaltung der Luft im VDI und DIN – Normenausschuss KRdL

Fachbereich Umweltmesstechnik

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

Frühere Ausgabe: 08.10 Entwurf, deutsch
Former edition: 08/10 Draft, in German only

Zu beziehen durch / Available at Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin – Alle Rechte vorbehalten / All rights reserved © Verein Deutscher Ingenieure e.V., Düsseldorf 2012

Vervielfältigung – auch für innerbetriebliche Zwecke – nicht gestattet / Reproduction – even for internal use – not permitted

 Alle Rechte vorbehalten © Verein Deutscher Ingenieure e.V., Düsseldorf 2012

Seite

7 Auswertung 25
7.1 Ermittlung der Kalibriergeraden exemplarisch für DEHP 25
7.2 Berechnung der Konzentrationen in den Messlösungen 26

8 Berechnen des Ergebnisses 28
8.1 Masse in der Probe 28
8.2 Konzentration in der Raumluft 28

9 Verfahrenskenngrößen 29
9.1 Nachweisgrenze 29
9.2 Bestimmungsgrenze und Blindwertproblematik 29
9.3 Vergleichsstandardabweichung und Wiederholstandardabweichung 31
9.4 Konzentrationen in der Innenraumluft . . 31
9.5 Ringversuche 31

10 Qualitätssicherung, Dokumentation 33
10.1 Überprüfen des Verfahrens und Blindwertbestimmung 33
10.2 Maßnahmen zur Minimierung des Blindwerts 34
10.3 Dokumentation. 34

11 Störungen 34

Schrifttum 35

Anhang A Lösemittelwischproben 37
A1 Messstrategie 37
A2 Auswahl der zu beprobenden Fläche 37
A3 Probenahme und Aufbereitung der Lösemittelwischproben 38
A4 Berechnung des Ergebnisses 39

Anhang B Probenahme von Hausstaub 41
B1 Definition und Charakterisierung von Hausstaub 41
B2 Messstrategie 42
B3 Geräte, Betriebsmittel und Chemikalien zur Probenahme und Analyse. 43
B4 Vorbereitung des Raumes zur Probenahme. 43
B5 Probenahme. 44
B6 Geräteblindwert bei der Hausstaubprobenahme 45
B7 Probenaufbereitung 45
B8 Angabe der Ergebnisse 46

Anhang C Exemplarisches Probenahmeprotokoll 47

Page

7 Evaluation 25
7.1 Establishment of the calibration lines exemplary for DEHP 25
7.2 Calculation of the concentrations in the measurement solutions 26

8 Calculation of the result 28
8.1 Mass in the sample 28
8.2 Concentration in indoor air 28

9 Performance characteristics 29
9.1 Detection limit 29
9.2 Quantification limit of and problems related to the blank values 29
9.3 Reproducibility standard deviation and repeatability standard deviation. 31
9.4 Concentrations in the indoor air 31
9.5 Round robin tests 31

10 Quality assurance, documentation 33
10.1 Method verification and determination of blanks 33
10.2 Measures for blank value minimization . 34
10.3 Documents. 34

11 Interferences 34

Bibliography 35

Annex A Solvent wipe samples 37
A1 Measurement strategy. 37
A2 Selection of a surface for sampling 37
A3 Sampling and conditioning of the wipe sample of solvents 38
A4 Computation of the result 39

Annex B Sampling of house dust 41
B1 Definition and characterization of house dust 41
B2 Measurement strategy. 42
B3 Apparatus, operating materials and chemicals for sampling and analyse . . . 43
B4 Preparation of the room for sampling. . . 43
B5 Sampling 44
B6 Apparatus blank value for house dust sampling 45
B7 Sample preparation 45
B8 Presentation of results 46

Annex C Exemplary sampling protocol 48