

# DIN EN 1948-4:2014-03 (D)

## Emissionen aus stationären Quellen - Bestimmung der Massenkonzentration von PCDD/PCDF und dioxin-ähnlichen PCB - Teil 4: Probenahme und Analyse dioxin-ähnlicher PCB; Deutsche Fassung EN 1948-4:2010+A1:2013

---

| Inhalt  | Seite |
|---|-------|
| Vorwort .....   | 4     |
| Einleitung .....  | 5     |
| 1 Anwendungsbereich .....   | 6     |
| 2 Normative Verweisungen .....  | 7     |
| 3 Begriffe .....  | 7     |
| 4 Symbole und Abkürzungen .....   | 10    |
| 4.1 Allgemeines .....   | 10    |
| 4.2 Polychlorierte Biphenyle .....  | 11    |
| 5 Prinzip des Messverfahrens .....  | 11    |
| 6 Geräte, Materialien und $^{13}\text{C}_{12}$ -markierte Standards .....                                       | 12    |
| 6.1 Geräte und Materialien .....  | 12    |
| 6.2 $^{13}\text{C}_{12}$ -markierte Standards .....   | 12    |
| 7 Sicherheitsmaßnahmen .....  | 14    |
| 8 Messverfahren .....   | 14    |
| 8.1 Probenahme .....  | 14    |
| 8.2 Extraktion .....  | 14    |
| 8.3 Reinigung .....   | 15    |
| 8.4 Letzte Einengung des Probenextraktes .....  | 15    |
| 8.5 Zugabe von Wiederfindungsstandards .....  | 16    |
| 8.6 Prinzip der Identifizierung und Quantifizierung .....   | 16    |
| 8.7 Kalibrierung der HRGC/HRMS .....  | 16    |
| 8.8 Quantifizierung der HRGC/HRMS-Ergebnisse .....  | 19    |
| 8.8.1 Quantifizierung der Probe .....   | 19    |
| 8.8.2 Berechnung der Wiederfindungsraten der Extraktionsstandards .....   | 20    |
| 8.8.3 Berechnung der Wiederfindungsraten für die Probenahmestandards .....                                      | 20    |
| 8.9 Berechnung der Messergebnisse .....   | 21    |
| 8.10 Analysenbericht .....  | 22    |
| 9 Verfahrensvalidierung .....   | 23    |
| 9.1 Allgemeines .....   | 23    |
| 9.2 Validierung der Probenahme .....  | 23    |
| 9.3 Validierung der analytischen Extraktion und der Reinigung .....   | 23    |
| 9.3.1 Extraktion .....  | 23    |
| 9.3.2 Clean-up .....  | 24    |
| 10 Anforderungen an die Qualitätssicherung der Messung .....  | 24    |
| 10.1 Verwendung eines validierten Verfahrens .....  | 24    |
| 10.2 $^{13}\text{C}_{12}$ -markierte Standards .....  | 24    |
| 10.3 Mindestanforderungen an die Probenahme .....   | 25    |
| 10.4 Mindestanforderungen an die Extraktion und Reinigung .....   | 25    |
| 10.5 Mindestanforderungen an die Identifizierung der PCB-Kongenere .....  | 26    |
| 10.6 Mindestanforderungen an die Quantifizierung .....  | 27    |
| 11 Qualitätssicherungskriterien für die Extraktions-/Reinigungs-/<br>Quantifizierungsverfahrensblindwerte ..... | 27    |

|         |  |    |
|---------|--|----|
| 11.1    | Analytischer Blindwert.....  | 27 |
| 11.2    | HRGC/HRMS-Blindwert.....   | 28 |
| 12      | Verfahrenskenngrößen .....   | 28 |
| 12.1    | Allgemeines.....   | 28 |
| 12.2    | Ergebnisse der Validierungsmesskampagne .....  | 29 |
| 13      | Störungen (informativ) .....   | 30 |
|         | Anhang A (informativ) Toxizität und Toxizitätsäquivalenz.....  | 31 |
|         | Anhang B (informativ) Ausführungsbeispiele für Extraktions- und Reinigungsverfahren .....  | 33 |
| B.1     | Ausführungsbeispiele für die Reinigung der PCB und die Abtrennung von PCDD/PCDF .....  | 33 |
| B.1.1   | Allgemeines.....   | 33 |
| B.1.2   | Chromatographiesäule I.....  | 35 |
| B.1.3   | Chromatographiesäule II.....   | 35 |
| B.1.4   | Zusätzliche Reinigung I.....   | 36 |
| B.1.5   | Zusätzliche Reinigung II.....  | 36 |
| B.1.5.1 | Allgemeines .....  | 36 |
| B.1.5.2 | Aktivkohlesäule .....  | 36 |
| B.1.5.3 | Vorbereitung .....   | 36 |
| B.1.6   | Zugabe der Wiederfindungsstandards .....   | 36 |
| B.1.7   | HRGC/HRMS-Analyse.....   | 37 |
| B.2     | Beschreibung der bei der Validierungsmesskampagne eingesetzten Extraktions- und<br>Reinigungsverfahren .....                         | 42 |
|         | Anhang C (informativ) Auswertung der Verfahrenskenngrößen .....  | 45 |
| C.1     | Allgemeines.....   | 45 |
| C.2     | Ringversuch zum analytischen Verfahren .....   | 45 |
| C.3     | Genauigkeit .....  | 46 |
| C.4     | Nachweisgrenzen (LOD) und Bestimmungsgrenzen (LOQ).....  | 49 |
| C.5     | Wiederfindung.....   | 51 |
| C.6     | Durchbruch.....  | 53 |
|         | Anhang D (informativ) Empfehlungen zur Messung hoher Konzentrationen von dioxin-ähnlichen<br>PCB .....                               | 54 |
|         | Anhang E (informativ) Mögliche Störungen bei der Analyse von dioxin-ähnlichen PCB.....   | 55 |
|         | Anhang F (informativ) Messung der Indikator-PCB 28, 52, 101, 138, 153 und 180 zusätzlich zu<br>den 12 dioxin-ähnlichen PCB .....     | 58 |
|         | Anhang G (informativ) Messung von Hexachlorbenzol (HCB).....   | 61 |
|         | Anhang H (informativ) Wesentliche technische Änderungen.....   | 63 |
|         | Anhang ZA (informativ) Zusammenhang zwischen dieser Europäischen Norm und den<br>grundlegenden Anforderungen von EU-Richtlinien..... | 64 |
|         | Literaturhinweise .....  | 65 |