

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-/ 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 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 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 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 grundlegenden Anforderungen von EU-Richtlinien.....		64
Literaturhinweise		65