

VEREIN
DEUTSCHER
INGENIEURE

Messen von Emissionen
Messen von polychlorierten Dibenzo-p-dioxinen (PCDD)
und Dibenzofuranen (PCDF)
Verdünnungsmethode
Ausführungsbeispiel zur DIN EN 1948 im Konzentrations-
bereich < 0,1 ng I-TEQ/m³ und Ergänzung für den
Konzentrationsbereich > 0,1 ng I-TEQ/m³
Bestimmung in Filterstaub, Kesselasche und in Schlacken

VDI 3499

Blatt 1 / Part 1

Emission measurement
Determination of polychlorinated dibenzo-p-dioxins
(PCDDs) and dibenzofurans (PCDFs)
Dilution method
Example of application of DIN EN 1948 for the
concentration range < 0,1 ng I-TEQ/m³ and supplement to
DIN EN 1948 for the concentration range > 0,1 ng I-TEQ/m³
Determination in filter dust, ash and slag

Aug. deutsch/englisch
Issue German/English

*Der Entwurf dieser Richtlinie wurde mit Ankündigung im Bundes-
anzeiger 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 transla-
tion. The German version of this guideline shall be taken as
authoritative.*



Inhalt	Seite
Vorbemerkung	3
Einleitung	4
1 Einsatzmöglichkeiten	7
2 Grundlage des Verfahrens	9
Teil A Ausführungsbeispiel zur DIN EN 1948	9
3 Geräte und Betriebsmittel	9
3.1 Geräte	9
3.2 Betriebsmittel	13
4 Aufbau der Probenahmeeinrichtung	17
5 Anforderungen an die Probenahme sowie Vorbereitung und Durchführung der Probenahme	20
5.1 Allgemeine Anforderungen an die Probenahme	20
5.2 Vorbereitung	23
5.3 Durchführung	24
5.4 Probenlagerung	26
5.5 Probenahmebericht	27
6 Analyse	29
6.1 Probenvorbehandlung, Extraktion, Probenreinigung, letzte Einengung des Probenextraktes und Zugabe von Spritzenstandards	29
6.2 Durchführung der GC-Trennung	34
6.3 GC-Bedingungen (Anwendungsbeispiel)	37

Contents	Page
Preliminary note	3
Introduction	4
1 Applications	7
2 Fundamentals of the procedure	9
Part A Example of application to DIN EN 1948	9
3 Equipment and accessories	9
3.1 Equipment	9
3.2 Accessories	13
4 Assembly of the sampling train	17
5 Requirements for sampling, preparation and performance of sampling	20
5.1 General requirements for sampling	20
5.2 Preparations	23
5.3 Sampling	24
5.4 Sample storage	26
5.5 Sampling report	27
6 Analysis	29
6.1 Sample preparation, extraction, clean-up, final concentration of the sample extract and addition of extraction standards	29
6.2 GC analysis procedure	34
6.3 GC conditions (example of application)	37

Kommission Reinhaltung der Luft im VDI und DIN – Normenausschuss KRdL

Arbeitsgruppe Messen von Dioxinen im
Ausschuss Emissionsmessverfahren

	Seite		Page	
6.4	Durchführen der MS-Bestimmung	37	6.4 MS analysis procedure	37
6.5	MS-Bedingungen (Anwendungsbeispiel)	38	6.5 MS conditions (example of application)	38
6.6	Blindwertproben	41	6.6 Blanks	41
6.7	Analysenbericht.	42	6.7 Analytical report	42
7	Aufstellen und Überprüfen der Analysen-		7 Formulation and verification of the	
	funktion	43	analytical function	43
7.1	Aufstellen der Analysenfunktion	43	7.1 Formulation of the analytical function	43
7.2	Kalibrierung und Überprüfung des		7.2 Calibration and verification of the	
	GC/MS-Systems	44	GC/MS system	44
7.3	Kalibrieren des gesamten Verfahrens.	48	7.3 Calibration of the overall procedure	48
8	Bestimmung der Wiederfindungsraten		8 Determination of the recovery rates of	
	der ¹³C₁₂-markierten PCDD/PCDF-Standards	48	¹³C₁₂-labelled PCDD/PCDF standards	48
8.1	Bestimmung der Wiederfindungsrate		8.1 Determination of the recovery rates of	
	der vor der Probenahme zugesetzten		¹³ C ₁₂ -labelled PCDD/PCDF standards	
	¹³ C ₁₂ -markierten PCDD/PCDF-		added prior to sampling (sampling	
	Standards (Probenahmestandards)	48	standards).	48
8.2	Bestimmung der Wiederfindungsrate der		8.2 Determination of the recovery rates of	
	vor der Analyse zugesetzten		¹³ C ₁₂ -labelled PCDD/PCDF standards	
	¹³ C ₁₂ -markierten PCDD/PCDF-Standards		added prior to analysis (extraction	
	(Extraktionsstandards)	48	standards).	48
9	Quantifizierung	51	9 Quantification	51
9.1	Höhen- und Flächenauswertung	51	9.1 Evaluation of peak height and peak area	51
9.2	Berechnen der Ergebnisse	52	9.2 Calculation of results.	52
9.3	Berechnen der Toxizitätsäquivalente	54	9.3 Calculation of the toxic equivalents	54
10	Verfahrenskenngrößen	54	10 Performance characteristics	54
10.1	Allgemeine Aspekte	54	10.1 General aspects	54
10.2	Intra-Labor-Ergebnisse	55	10.2 Intralaboratory results.	55
10.3	Inter-Labor-Ergebnisse	56	10.3 Interlaboratory results.	56
10.4	Nachweisgrenzen	56	10.4 Lower detection limits	56
11	Störungen	58	11 Interferences.	58
Teil B	Modifiziertes Messverfahren für den		Part B Modified measurement procedure for	
	Konzentrationsbereich > 0,1 ng I-TEQ/m³	59	the concentration range > 0.1 ng I-TEQ/m³	59
12	Allgemeines	59	12 General	59
13	Geräte und Betriebsmittel	59	13 Devices and utilities	59
14	Aufbau der Probenahmeeinrichtung.	60	14 Assembly of the sampling train	60
15	Anforderungen an die Probenahme sowie		15 Requirements for sampling, preparation	
	Vorbereitung und Durchführung der		and performance of sampling	60
	Probenahme	60		
16	Analyse	60	16 Analysis	60
17	Aufstellen und Überprüfen der Analysen-		17 Formulation and verification of the	
	funktion.	63	analytical function.	63
18	Bestimmung der Wiederfindungsraten der		18 Determination of the recovery rates of	
	¹³C₁₂-markierten PCDD/PCDF-Standards	63	¹³C₁₂-labelled PCDD/PCDF standards	63
19	Quantifizierung.	63	19 Quantification	63
20	Verfahrenskenngrößen	63	20 Performance characteristics	63
20.1	Standardabweichungen	63	20.1 Standard deviations	63
20.2	Nachweisgrenzen	65	20.2 Lower detection limits	65
20.3	Wiederfindungsraten	66	20.3 Recovery rates.	66

	Seite		Page
21 Vergleichsmessungen.	67	21 Comparisan measurements	67
22 Störungen	71	22 Interferences.	71
23 Messung von PCDD/PCDF in Filterstaub, Kesselasche und Schlacke	71	23 Measurement of PCDDs/PCDFs in filter dust, potash and slag	71
23.1 Probenahme	71	23.1 Sampling	71
23.2 Probenaufbereitung	72	23.2 Sample preparation	72
23.3 Verfahrenskenngrößen.	74	23.3 Performance characteristics.	74
23.4 Messbericht	74	23.4 Measurement report.	74
Anhang A	75	Annex A.	75
A1 Strukturen der PCDD und PCDF	75	A1 Structures of PCDDs/PCDFs	75
A2 Toxizitätsäquivalente	75	A2 Toxic equivalents	75
A3 Sicherheitsvorkehrungen	75	A3 Safety measures.	75
A4 Transport.	75	A4 Transport	75
Anhang B Probenahmebericht	78	Annex B Sampling report	79
Schrifttum	82	Bibliography	82