ICS 13.040.40

VDI-RICHTLINIEN

Februar 2004
February 2004

VEREIN DEUTSCHER INGENIEURE

# Messen von Emissionen
# Messen von polychlorierten Dibenzo-p-dioxinen (PCDD) und Dibenzofuranen (PCDF)
# Filter/Kühler-Methode
# Ausführungsbeispiel zur DIN EN 1948 im Konzentrationsbereich < 0,1 ng I-TEQ/m³ und Ergänzung für den Konzentrationsbereich > 0,1 ng I-TEQ/m³

# Emission measurement
# Determination of polychlorinated dibenzo-p-dioxins (PCDDs) and dibenzofurans (PCDFs)
# Filter/condenser 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

# VDI 3499

Blatt 2 / Part 2

Ausg. deutsch/englisch
Issue German/English

*Frühere Ausgabe: 1.01 Entwurf, deutsch*
*Former edition: 1/01 draft, in German only*

Zu beziehen durch / Available from Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin – Alle Rechte vorbehalten / All rights reserved © Verein Deutscher Ingenieure, Düsseldorf 2004

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

*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.*

BESTÄTIGT VDI zuletzt 2026

**Inhalt** Seite

Vorbemerkung . . . . . 3
Einleitung . . . . . 4
**1 Einsatzmöglichkeiten** . . . . . 7
**2 Grundlagen des Verfahrens** . . . . . 9
**Teil A Ausführungsbeispiel zur DIN EN 1948** . . 10
**3 Geräte und Betriebsmittel** . . . . . 10
3.1 Geräte . . . . . 10
3.2 Betriebsmittel . . . . . 13
**4 Aufbau der Probenahmeeinrichtung** . . . . . 18
**5 Anforderungen an die Probenahme sowie Vorbereitung und Durchführung der Probenahme** . . . . . 19
5.1 Allgemeine Anforderungen an die Probenahme . . . . . 19
5.2 Vorbereitung . . . . . 22
5.3 Durchführung . . . . . 23
5.4 Nachbehandlung der Probenahmeapparatur 25
5.5 Probenlagerung . . . . . 27
5.6 Probenahmebericht . . . . . 27

**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** . 10
**3 Equipment and accessories** . . . . . 10
3.1 Equipment . . . . . 10
3.2 Accessories . . . . . 13
**4 Assembly of the sampling train** . . . . . 18
**5 Requirements for sampling, preparation and performance of sampling** . . . . . 19
5.1 General requirements for sampling . . . . . 19
5.2 Preparations . . . . . 22
5.3 Sampling . . . . . 23
5.4 Re-treatment of the sampling train . . . . . 25
5.5 Sample storage . . . . . 27
5.6 Sampling report . . . . . 27

Kommission Reinhaltung der Luft im VDI und DIN – Normenausschuss KRdL

Arbeitsgruppe Messen von Dioxinen im
Ausschuss Emissionsmessverfahren

**VDI/DIN-Handbuch Reinhaltung der Luft, Band 5**

All rights reserved © Verein Deutscher Ingenieure, Düsseldorf 2004

Seite

**6 Analyse** . . . . . 29
6.1 Probenvorbehandlung, Extraktion, Probenreinigung, letzte Einengung des Probenextraktes und Zugabe von Wiederfindungsstandards . . . . . 29
6.2 Durchführung der GC-Trennung . . . . . 35
6.3 GC-Bedingungen (Anwendungsbeispiel) 38
6.4 Durchführen der MS-Bestimmung . . . . 38
6.5 MS-Bedingungen (Anwendungsbeispiel) 39
6.6 Blindwertproben . . . . . 42
6.7 Analysenbericht . . . . . 43

**7 Aufstellen und Überprüfen der Analysenfunktion** . . . . . 44
7.1 Aufstellen der Analysenfunktion . . . . . 44
7.2 Kalibrierung und Überprüfung des GC/MS-Systems . . . . . 45
7.3 Kalibrieren des gesamten Verfahrens. . . 48

**8 Bestimmung der Wiederfindungsraten der $^{13}C_{12}$-markierten PCDD/PCDF-Standards** . . 49
8.1 Bestimmung der Wiederfindungsrate der vor der Probenahme zugesetzten $^{13}C_{12}$-markierten PCDD/PCDF-Standards (Probenahmestandards) . . . . 49
8.2 Bestimmung der Wiederfindungsrate der vor der Analyse zugesetzten $^{13}C_{12}$-markierten PCDD/PCDF-Standards (Extraktionsstandards) . . . . . 49

**9 Quantifizierung** . . . . . 52
9.1 Höhen- und Flächenauswertung . . . . . 52
9.2 Berechnen der Ergebnisse . . . . . 53
9.3 Berechnen der Toxizitätsäquivalente . . . 55

**10 Verfahrenskenngrößen** . . . . . 55
10.1 Allgemeine Aspekte . . . . . 55
10.2 Intra-Labor-Ergebnisse . . . . . 56
10.3 Inter-Labor-Ergebnisse . . . . . 57
10.4 Nachweisgrenzen . . . . . 57

**11 Störungen** . . . . . 59

**Teil B Modifiziertes Messverfahren für den Konzentrationsbereich > 0,1 ng I-TEQ/m³** . . . . 59

**12 Allgemeines** . . . . . 59

**13 Geräte und Betriebsmittel** . . . . . 60

**14 Aufbau der Probenahmeeinrichtung** . . . . 61

**15 Anforderungen für die Probenahme sowie Vorbereitung und Durchführung der Probenahme** . . . . . 61

**16 Analyse** . . . . . 61

**17 Aufstellen und Überprüfen der Analysenfunktion** . . . . . 62

Page

**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 . . . . . 35
6.3 GC conditions (example of application) . 38
6.4 MS analysis procedure . . . . . 38
6.5 MS conditions (example of application) . 39
6.6 Blanks . . . . . 42
6.7 Analytical report . . . . . 43

**7 Formulation and verification of the analytical function** . . . . . 44
7.1 Formulation of the analytical function . . 44
7.2 Calibration and verification of the GC/MS system . . . . . 45
7.3 Calibration of the overall procedure . . . 48

**8 Determination of the recovery rates of $^{13}C_{12}$-labelled PCDD/PCDF standards** . . . . 49
8.1 Determination of the recovery rates of $^{13}C_{12}$-labelled PCDD/PCDF standards added prior to sampling (sampling standards) . . . . . 49
8.2 Determination of the recovery rates of $^{13}C_{12}$-labelled PCDD/PCDF standards added prior to analysis (extraction standards) . . . . . 49

**9 Quantification** . . . . . 52
9.1 Evaluation of peak height and peak area. 52
9.2 Calculation of results. . . . . 53
9.3 Calculation of the toxic equivalents . . . 55

**10 Performance characteristics** . . . . . 55
10.1 General aspects . . . . . 55
10.2 Intralaboratory results. . . . . 56
10.3 Interlaboratory results. . . . . 57
10.4 Lower detection limits . . . . . 57

**11 Interferences** . . . . . 59

**Part B Modified measurement procedure for the concentration range > 0,1 ng I-TEQ/m³** . . . 59

**12 General** . . . . . 59

**13 Devices and accessories** . . . . . 60

**14 Assembly of the sampling train** . . . . . 61

**15 Requirements for sampling, preparation and performance of sampling** . . . . . 61

**16 Analysis** . . . . . 61

**17 Formulation and verification of the analytical function** . . . . . 62

Seite

**18 Bestimmung der Wiederfindungsraten der $^{13}C_{12}$-markierten PCDD/PCDF-Standards** . . 63
**19 Quantifizierung** . . . . . 63
**20 Verfahrenskenngrößen** . . . . . 63
20.1 Standardabweichungen . . . . . 63
20.2 Nachweisgrenzen . . . . . 65
**21 Vergleichsmessungen** . . . . . 66
**22 Störungen** . . . . . 67
**23 Messbericht** . . . . . 67
**Anhang A** . . . . . 68
A1 Strukturen der PCDD und PCDF . . . . 68
A2 Toxizitätsäquivalente . . . . . 68
A3 Sicherheitsvorkehrungen . . . . . 68
A4 Transport. . . . . 68
**Anhang B** Probenahmebericht . . . . . 71
Schrifttum . . . . . 75

Page

**18 Determination of the recovery rates of $^{13}C_{12}$-labelled PCDD/PCDF standards** . . . . 63
**19 Quantification** . . . . . 63
**20 Performance characteristics** . . . . . 63
20.1 Standard deviations . . . . . 63
20.2 Lower detection limits . . . . . 65
**21 Comparison measurements** . . . . . 66
**22 Interferences** . . . . . 67
**23 Measurement report** . . . . . 67
**Annex A** . . . . . 68
A1 Structures of PCDDs/PCDFs . . . . . 68
A2 Toxic equivalents. . . . . 68
A3 Safety measures . . . . . 68
A4 Transport . . . . . 68
**Annex B** Sampling report . . . . . 72
Bibliography . . . . . 75