

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 Konzentrations-
bereich < 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

*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).*

*The German version of this guideline shall be taken as authorita-
tive. No guarantee can be given with respect to the English trans-
lation.*



Inhalt	Seite	Contents	Page
Vorbemerkung	3	Preliminary note	3
Einleitung	4	Introduction	4
1 Einsatzmöglichkeiten	7	1 Applications	7
2 Grundlagen des Verfahrens	9	2 Fundamentals of the procedure	9
Teil A Ausführungsbeispiel zur DIN EN 1948	10	Part A Example of application to DIN EN 1948	10
3 Geräte und Betriebsmittel	10	3 Equipment and accessories	10
3.1 Geräte	10	3.1 Equipment	10
3.2 Betriebsmittel	13	3.2 Accessories	13
4 Aufbau der Probenahmeeinrichtung	18	4 Assembly of the sampling train	18
5 Anforderungen an die Probenahme sowie Vorbereitung und Durchführung der Probenahme	19	5 Requirements for sampling, preparation and performance of sampling	19
5.1 Allgemeine Anforderungen an die Probenahme	19	5.1 General requirements for sampling	19
5.2 Vorbereitung	22	5.2 Preparations	22
5.3 Durchführung	23	5.3 Sampling	23
5.4 Nachbehandlung der Probenahmeapparatur	25	5.4 Re-treatment of the sampling train	25
5.5 Probenlagerung	27	5.5 Sample storage	27
5.6 Probenahmebericht	27	5.6 Sampling report	27

Kommission Reinhaltung der Luft im VDI und DIN – Normenausschuss KRdL

Arbeitsgruppe Messen von Dioxinen im
Ausschuss Emissionsmessverfahren

	Seite		Page
6 Analyse	29	6 Analysis	29
6.1 Probenvorbehandlung, Extraktion, Probenreinigung, letzte Einengung des Probenextraktes und Zugabe von Wiederfindungsstandards	29	6.1 Sample preparation, extraction, clean-up, final concentration of the sample extract and addition of extraction standards	29
6.2 Durchführung der GC-Trennung	35	6.2 GC analysis procedure	35
6.3 GC-Bedingungen (Anwendungsbeispiel)	38	6.3 GC conditions (example of application)	38
6.4 Durchführen der MS-Bestimmung	38	6.4 MS analysis procedure	38
6.5 MS-Bedingungen (Anwendungsbeispiel)	39	6.5 MS conditions (example of application)	39
6.6 Blindwertproben	42	6.6 Blanks	42
6.7 Analysenbericht	43	6.7 Analytical report	43
7 Aufstellen und Überprüfen der Analysenfunktion	44	7 Formulation and verification of the analytical function	44
7.1 Aufstellen der Analysenfunktion	44	7.1 Formulation of the analytical function	44
7.2 Kalibrierung und Überprüfung des GC/MS-Systems	45	7.2 Calibration and verification of the GC/MS system	45
7.3 Kalibrieren des gesamten Verfahrens.	48	7.3 Calibration of the overall procedure	48
8 Bestimmung der Wiederfindungsraten der ¹³C₁₂-markierten PCDD/PCDF-Standards	49	8 Determination of the recovery rates of ¹³C₁₂-labelled PCDD/PCDF standards	49
8.1 Bestimmung der Wiederfindungsrate der vor der Probenahme zugesetzten ¹³ C ₁₂ -markierten PCDD/PCDF-Standards (Probenahmestandards)	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 Bestimmung der Wiederfindungsrate der vor der Analyse zugesetzten ¹³ C ₁₂ -markierten PCDD/PCDF-Standards (Extraktionsstandards)	49	8.2 Determination of the recovery rates of ¹³ C ₁₂ -labelled PCDD/PCDF standards added prior to analysis (extraction standards)	49
9 Quantifizierung	52	9 Quantification	52
9.1 Höhen- und Flächenauswertung	52	9.1 Evaluation of peak height and peak area.	52
9.2 Berechnen der Ergebnisse	53	9.2 Calculation of results.	53
9.3 Berechnen der Toxizitätsäquivalente	55	9.3 Calculation of the toxic equivalents	55
10 Verfahrenskenngrößen	55	10 Performance characteristics	55
10.1 Allgemeine Aspekte	55	10.1 General aspects	55
10.2 Intra-Labor-Ergebnisse	56	10.2 Intralaboratory results.	56
10.3 Inter-Labor-Ergebnisse	57	10.3 Interlaboratory results.	57
10.4 Nachweisgrenzen	57	10.4 Lower detection limits	57
11 Störungen	59	11 Interferences	59
Teil B Modifiziertes Messverfahren für den Konzentrationsbereich > 0,1 ng I-TEQ/m³	59	Part B Modified measurement procedure for the concentration range > 0,1 ng I-TEQ/m³	59
12 Allgemeines	59	12 General	59
13 Geräte und Betriebsmittel	60	13 Devices and accessories	60
14 Aufbau der Probenahmeeinrichtung	61	14 Assembly of the sampling train	61
15 Anforderungen für die Probenahme sowie Vorbereitung und Durchführung der Probenahme	61	15 Requirements for sampling, preparation and performance of sampling	61
16 Analyse	61	16 Analysis	61
17 Aufstellen und Überprüfen der Analysenfunktion	62	17 Formulation and verification of the analytical function	62

	Seite		Page
18 Bestimmung der Wiederfindungsraten der ¹³C₁₂-markierten PCDD/PCDF-Standards . . .	63	18 Determination of the recovery rates of 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
21 Vergleichsmessungen	66	21 Comparison measurements	66
22 Störungen	67	22 Interferences	67
23 Messbericht	67	23 Measurement report	67
Anhang A	68	Annex A	68
A1 Strukturen der PCDD und PCDF	68	A1 Structures of PCDDs/PCDFs	68
A2 Toxizitätsäquivalente	68	A2 Toxic equivalents.	68
A3 Sicherheitsvorkehrungen	68	A3 Safety measures	68
A4 Transport.	68	A4 Transport	68
Anhang B Probenahmebericht	71	Annex B Sampling report	72
Schrifttum	75	Bibliography	75