

VEREIN DEUTSCHER INGENIEURE	<p>Messen von Emissionen Messen von polychlorierten Dibeno-p-dioxinen (PCDD) und Dibenzofuranen (PCDF) Gekühltes-Absaugrohr-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</p> <p>Emission measurement Determination of polychlorinated dibeno-p-dioxins (PCDDs) and dibenzofurans (PCDFs) Cooled probe 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</p>	VDI 3499 Blatt 3 / Part 3 Ausg. deutsch/englisch Issue German/English
--------------------------------------------	------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	-----------------------------------------------------------------------------------------------

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.

Inhalt	Seite
Vorbemerkung	3
Einleitung	4
1 Einsatzmöglichkeiten	7
2 Grundlage des Verfahrens	9
Teil A Ausführungsbeispiel zur DIN EN 1948	11
3 Geräte und Betriebsmittel	11
3.1 Geräte und Betriebsmittel für die Variante I	11
3.2 Geräte und Betriebsmittel für die Variante II	18
3.3 Geräte und Betriebsmittel für die Analytik	21
4 Aufbau der Probenahmeeinrichtung	24
4.1 Aufbau der Probenahmeeinrichtung nach Variante I	24
4.2 Aufbau der Probenahmeeinrichtung nach Variante II	26
5 Anforderungen an die Probenahme sowie Vorbereitung und Durchführung der Probenahme	27
5.1 Allgemeine Anforderungen an die Probenahme	27
5.2 Vorbereitung	30
5.3 Durchführung der Probenahme	32
5.4 Probenlagerung	35
5.5 Probenahmebericht	35



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	11
3 Equipment and accessories	11
3.1 Equipment and accessories of variantI	11
3.2 Equipment and accessories of variantII	18
3.3 Devices and accessories for the analysis	21
4 Assembly of the sampling train	24
4.1 Assembly of the sampling train, variant I	24
4.2 Assembly of the sampling train, variant II	26
5 Requirements for sampling, preparation and performance of sampling	27
5.1 General requirements for sampling	27
5.2 Preparations	30
5.3 Sampling	32
5.4 Sample storage	35
5.5 Sampling report	35

Seite	Page
6 Analyse	37
6.1 Probenvorbehandlung, Extraktion, Probenreinigung, letzte Einengung des Probenextraktes und Zugabe von Wiederfindungsstandards	38
6.2 Durchführung der GC-Trennung	44
6.3 GC-Bedingungen (Anwendungsbeispiel) .	46
6.4 Durchführen der MS-Bestimmung	46
6.5 MS-Bedingungen (Anwendungsbeispiel) .	48
6.6 Blindwertproben.	51
6.7 Analysenbericht	51
7 Aufstellen und Überprüfen der Analysen- funktion	52
7.1 Aufstellen der Analysenfunktion	52
7.2 Kalibrierung und Überprüfung des GC/MS-Systems.	54
7.3 Kalibrieren des gesamten Verfahrens . .	57
8 Bestimmung der Wiederfindungsraten der $^{13}\text{C}_{12}$-markierten PCDD/PCDF-Standards . .	58
8.1 Bestimmung der Wiederfindungsrate der vor der Probenahme zugesetzten $^{13}\text{C}_{12}$ -markierten PCDD/PCDF- Standards (Probenahmestandards)	58
8.2 Bestimmung der Wiederfindungsrate der vor der Analyse zugesetzten $^{13}\text{C}_{12}$ - markierten PCDD/PCDF-Standards (Extraktionsstandards).	58
9 Quantifizierung	60
9.1 Höhen- und Flächenauswertung.	60
9.2 Berechnen der Ergebnisse.	61
9.3 Berechnen der Toxizitätsäquivalente . .	63
10 Verfahrenskenngrößen	64
10.1 Allgemeine Aspekte.	64
10.2 Intra-Labor-Ergebnisse	65
10.3 Inter-Labor-Ergebnisse	65
10.4 Nachweisgrenzen	66
11 Störungen	68
Teil B Modifiziertes Messverfahren für den Konzentrationsbereich > 0,1 ng I-TEQ/m³ . .	68
12 Allgemeines	68
13 Geräte und Betriebsmittel	69
14 Aufbau der Probenahmeeinrichtung	69
15 Anforderungen für die Probenahme sowie Vorbereitung und Durchführung der Probenahme	69
16 Analyse	69
17 Aufstellen und Überprüfen der Analysen- funktion	71
6 Analysis	37
6.1 Sample preparation, extraction, clean-up, final concentration of the sample extract and addition of recovery standards	38
6.2 GC analysis procedure	44
6.3 GC conditions (example of application) .	46
6.4 MS analysis procedure	46
6.5 MS conditions (example of application) .	48
6.6 Blanks.	51
6.7 Analytical report	51
7 Formulation and verification of the analytical function	52
7.1 Formulation of the analytical function .	52
7.2 Calibration and verification of the GC/MS system	54
7.3 Calibration of the overall procedure .	57
8 Determination of the recovery rates of $^{13}\text{C}_{12}$-labelled PCDD/PCDF standards	58
8.1 Determination of the recovery rates of $^{13}\text{C}_{12}$ -labelled PCDD/PCDF standards added prior to sampling (sampling standards)	58
8.2 Determination of the recovery rates of $^{13}\text{C}_{12}$ -labelled PCDD/PCDF standards added prior to analysis (extraction standards)	58
9 Quantification.	60
9.1 Evaluation of peak height and peak area.	60
9.2 Calculation of results	61
9.3 Calculation of the toxic equivalents. . .	63
10 Performance characteristics.	64
10.1 General aspects	64
10.2 Intralaboratory results.	65
10.3 Interlaboratory results.	65
10.4 Lower detection limits	66
11 Interferences	68
Part B Modified measurement procedure for the concentration range > 0,1 ng I-TEQ/m³ . .	68
12 General	68
13 Devices and accessories	69
14 Assembly of the sampling train	69
15 Requirements for sampling, preparation and performance of sampling	69
16 Analysis	69
17 Formulation and verification of the analytical function	71

Seite	Page
18 Bestimmung der Wiederfindungsraten der $^{13}\text{C}_{12}$-markierten PCDD/PCDF-Standards	71
19 Quantifizierung	71
20 Verfahrenskenngrößen	71
20.1 Standardabweichungen	71
20.2 Nachweisgrenzen	75
20.3 Abscheidegrad	76
21 Vergleichsmessungen	76
22 Störungen	79
23 Messbericht	79
Anhang A	80
A1 Strukturen der PCDD und PCDF	80
A2 Toxizitätsäquivalente	80
A3 Sicherheitsvorkehrungen	80
A4 Transport	80
Anhang B Probenahmebericht	83
Schrifttum	87
18 Determination of the recovery rates of $^{13}\text{C}_{12}$-labelled PCDD/PCDF standards	71
19 Quantification	71
20 Performance characteristics	71
20.1 Standard deviations	71
20.2 Lower detection limits	75
20.3 Separation efficiency	76
21 Comparison measurements	76
22 Interferences	79
23 Measurement report	79
Annex A	80
A1 Structures of PCDDs/PCDFs	80
A2 Toxic equivalents	80
A3 Safety measures	80
A4 Transport	80
Annex B Sampling report	84
Bibliography	87