

# 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