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 $^{13}C_{12}$-markierte Standards 12
6.1 Geräte und Materialien 12
6.2 $^{13}C_{12}$-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 $^{13}C_{12}$-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