

**VEREIN
DEUTSCHER
INGENIEURE**

Messen von Emissionen
Messen von polychlorierten Dibenzo-p-dioxinen (PCDD)
und Dibenzofuranen (PCDF)
Verdünnungsmethode
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
Bestimmung in Filterstaub, Kesselasche und in Schlacken

VDI 3499

Blatt 1 / Part 1

Emission measurement
Determination of polychlorinated dibenzo-p-dioxins
(PCDDs) and dibenzofurans (PCDFs)
Dilution 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
Determination in filter dust, ash and slag

Aug. 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).
No guarantee can be given with respect to the English transla-
tion. The German version of this guideline shall be taken as
authoritative.*



| Inhalt | Seite |
|--|-----------|
| Vorbemerkung | 3 |
| Einleitung | 4 |
| 1 Einsatzmöglichkeiten | 7 |
| 2 Grundlage des Verfahrens | 9 |
| Teil A Ausführungsbeispiel zur DIN EN 1948 | 9 |
| 3 Geräte und Betriebsmittel | 9 |
| 3.1 Geräte | 9 |
| 3.2 Betriebsmittel | 13 |
| 4 Aufbau der Probenahmeeinrichtung | 17 |
| 5 Anforderungen an die Probenahme sowie Vorbereitung und Durchführung der Probenahme | 20 |
| 5.1 Allgemeine Anforderungen an die Probenahme | 20 |
| 5.2 Vorbereitung | 23 |
| 5.3 Durchführung | 24 |
| 5.4 Probenlagerung | 26 |
| 5.5 Probenahmebericht | 27 |
| 6 Analyse | 29 |
| 6.1 Probenvorbehandlung, Extraktion, Probenreinigung, letzte Einengung des Probenextraktes und Zugabe von Spritzenstandards | 29 |
| 6.2 Durchführung der GC-Trennung | 34 |
| 6.3 GC-Bedingungen (Anwendungsbeispiel) | 37 |

| 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 | 9 |
| 3 Equipment and accessories | 9 |
| 3.1 Equipment | 9 |
| 3.2 Accessories | 13 |
| 4 Assembly of the sampling train | 17 |
| 5 Requirements for sampling, preparation and performance of sampling | 20 |
| 5.1 General requirements for sampling | 20 |
| 5.2 Preparations | 23 |
| 5.3 Sampling | 24 |
| 5.4 Sample storage | 26 |
| 5.5 Sampling report | 27 |
| 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 | 34 |
| 6.3 GC conditions (example of application) | 37 |

Kommission Reinhaltung der Luft im VDI und DIN – Normenausschuss KRdL
Arbeitsgruppe Messen von Dioxinen im
Ausschuss Emissionsmessverfahren

Frühere Ausgabe: 01/01 Entwurf, deutsch
Former edition: 01/01 draft, in German only
Zu beziehen durch / Available from Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin – Alle Rechte vorbehalten / All rights reserved © Verein Deutscher Ingenieure, Düsseldorf 2003

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

| | Seite | | Page | |
|---------------|---|-----------|---|-----------|
| 6.4 | Durchführen der MS-Bestimmung | 37 | 6.4 MS analysis procedure | 37 |
| 6.5 | MS-Bedingungen (Anwendungsbeispiel) | 38 | 6.5 MS conditions (example of application) | 38 |
| 6.6 | Blindwertproben | 41 | 6.6 Blanks | 41 |
| 6.7 | Analysenbericht. | 42 | 6.7 Analytical report | 42 |
| 7 | Aufstellen und Überprüfen der Analysen- | | 7 Formulation and verification of the | |
| | funktion | 43 | analytical function | 43 |
| 7.1 | Aufstellen der Analysenfunktion | 43 | 7.1 Formulation of the analytical function | 43 |
| 7.2 | Kalibrierung und Überprüfung des | | 7.2 Calibration and verification of the | |
| | GC/MS-Systems | 44 | GC/MS system | 44 |
| 7.3 | Kalibrieren des gesamten Verfahrens. | 48 | 7.3 Calibration of the overall procedure | 48 |
| 8 | Bestimmung der Wiederfindungsraten | | 8 Determination of the recovery rates of | |
| | der ¹³C₁₂-markierten PCDD/PCDF-Standards | 48 | ¹³C₁₂-labelled PCDD/PCDF standards | 48 |
| 8.1 | Bestimmung der Wiederfindungsrate | | 8.1 Determination of the recovery rates of | |
| | der vor der Probenahme zugesetzten | | ¹³ C ₁₂ -labelled PCDD/PCDF standards | |
| | ¹³ C ₁₂ -markierten PCDD/PCDF- | | added prior to sampling (sampling | |
| | Standards (Probenahmestandards) | 48 | standards). | 48 |
| 8.2 | Bestimmung der Wiederfindungsrate der | | 8.2 Determination of the recovery rates of | |
| | vor der Analyse zugesetzten | | ¹³ C ₁₂ -labelled PCDD/PCDF standards | |
| | ¹³ C ₁₂ -markierten PCDD/PCDF-Standards | | added prior to analysis (extraction | |
| | (Extraktionsstandards) | 48 | standards). | 48 |
| 9 | Quantifizierung | 51 | 9 Quantification | 51 |
| 9.1 | Höhen- und Flächenauswertung | 51 | 9.1 Evaluation of peak height and peak area | 51 |
| 9.2 | Berechnen der Ergebnisse | 52 | 9.2 Calculation of results. | 52 |
| 9.3 | Berechnen der Toxizitätsäquivalente | 54 | 9.3 Calculation of the toxic equivalents | 54 |
| 10 | Verfahrenskenngrößen | 54 | 10 Performance characteristics | 54 |
| 10.1 | Allgemeine Aspekte | 54 | 10.1 General aspects | 54 |
| 10.2 | Intra-Labor-Ergebnisse | 55 | 10.2 Intralaboratory results. | 55 |
| 10.3 | Inter-Labor-Ergebnisse | 56 | 10.3 Interlaboratory results. | 56 |
| 10.4 | Nachweisgrenzen | 56 | 10.4 Lower detection limits | 56 |
| 11 | Störungen | 58 | 11 Interferences. | 58 |
| Teil B | Modifiziertes Messverfahren für den | | Part B Modified measurement procedure for | |
| | Konzentrationsbereich > 0,1 ng I-TEQ/m³ | 59 | the concentration range > 0.1 ng I-TEQ/m³ | 59 |
| 12 | Allgemeines | 59 | 12 General | 59 |
| 13 | Geräte und Betriebsmittel | 59 | 13 Devices and utilities | 59 |
| 14 | Aufbau der Probenahmeeinrichtung. | 60 | 14 Assembly of the sampling train | 60 |
| 15 | Anforderungen an die Probenahme sowie | | 15 Requirements for sampling, preparation | |
| | Vorbereitung und Durchführung der | | and performance of sampling | 60 |
| | Probenahme | 60 | | |
| 16 | Analyse | 60 | 16 Analysis | 60 |
| 17 | Aufstellen und Überprüfen der Analysen- | | 17 Formulation and verification of the | |
| | funktion. | 63 | analytical function. | 63 |
| 18 | Bestimmung der Wiederfindungsraten der | | 18 Determination of the recovery rates of | |
| | ¹³C₁₂-markierten PCDD/PCDF-Standards | 63 | 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 |
| 20.3 | Wiederfindungsraten | 66 | 20.3 Recovery rates. | 66 |

| | Seite | | Page |
|--|-------|--|------|
| 21 Vergleichsmessungen. | 67 | 21 Comparisan measurements | 67 |
| 22 Störungen | 71 | 22 Interferences. | 71 |
| 23 Messung von PCDD/PCDF in Filterstaub, Kesselasche und Schlacke | 71 | 23 Measurement of PCDDs/PCDFs in filter dust, potash and slag | 71 |
| 23.1 Probenahme | 71 | 23.1 Sampling | 71 |
| 23.2 Probenaufbereitung | 72 | 23.2 Sample preparation | 72 |
| 23.3 Verfahrenskenngrößen. | 74 | 23.3 Performance characteristics. | 74 |
| 23.4 Messbericht | 74 | 23.4 Measurement report. | 74 |
| Anhang A | 75 | Annex A. | 75 |
| A1 Strukturen der PCDD und PCDF | 75 | A1 Structures of PCDDs/PCDFs | 75 |
| A2 Toxizitätsäquivalente | 75 | A2 Toxic equivalents | 75 |
| A3 Sicherheitsvorkehrungen | 75 | A3 Safety measures. | 75 |
| A4 Transport. | 75 | A4 Transport | 75 |
| Anhang B Probenahmebericht | 78 | Annex B Sampling report | 79 |
| Schrifttum | 82 | Bibliography | 82 |