ICS 13.040.40

VDI-RICHTLINIEN

Juli 2003
July 2003

VEREIN DEUTSCHER INGENIEURE

Messen von Emissionen
Messen von polychlorierten Dibenzo-p-dioxinen (PCDD) und Dibenzofuranen (PCDF)
Verdünnungsmethode
Ausführungsbeispiel zur DIN EN 1948 im Konzentrationsbereich < 0,1 ng I-TEQ/m³ und Ergänzung für den Konzentrationsbereich > 0,1 ng I-TEQ/m³
Bestimmung in Filterstaub, Kesselasche und in Schlacken

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

VDI 3499

Blatt 1 / Part 1

Ausg. deutsch/englisch
Issue German/English

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

Der Entwurf dieser Richtlinie wurde mit Ankündigung im Bundesanzeiger einem öffentlichen Einspruchsverfahren unterworfen.

Die deutsche Version dieser Richtlinie ist verbindlich.

BESTÄTIGT VDI zuletzt 2026

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 translation. 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

VDI/DIN-Handbuch Reinhaltung der Luft, Band 5

All rights reserved © Verein Deutscher Ingenieure, Düsseldorf 2003

Seite

6.4 Durchführen der MS-Bestimmung 37
6.5 MS-Bedingungen (Anwendungsbeispiel) . 38
6.6 Blindwertproben 41
6.7 Analysenbericht. 42

7 Aufstellen und Überprüfen der Analysenfunktion 43
7.1 Aufstellen der Analysenfunktion 43
7.2 Kalibrierung und Überprüfung des GC/MS-Systems 44
7.3 Kalibrieren des gesamten Verfahrens. . . . 48

8 Bestimmung der Wiederfindungsraten der $^{13}C_{12}$-markierten PCDD/PCDF-Standards 48
8.1 Bestimmung der Wiederfindungsrate der vor der Probenahme zugesetzten $^{13}C_{12}$-markierten PCDD/PCDF-Standards (Probenahmestandards) 48
8.2 Bestimmung der Wiederfindungsrate der vor der Analyse zugesetzten $^{13}C_{12}$-markierten PCDD/PCDF-Standards (Extraktionsstandards) 48

9 Quantifizierung 51
9.1 Höhen- und Flächenauswertung 51
9.2 Berechnen der Ergebnisse 52
9.3 Berechnen der Toxizitätsäquivalente 54

10 Verfahrenskenngrößen 54
10.1 Allgemeine Aspekte. 54
10.2 Intra-Labor-Ergebnisse 55
10.3 Inter-Labor-Ergebnisse 56
10.4 Nachweisgrenzen 56

11 Störungen 58

Teil B Modifiziertes Messverfahren für den Konzentrationsbereich > 0,1 ng I-TEQ/m³ 59

12 Allgemeines 59

13 Geräte und Betriebsmittel 59

14 Aufbau der Probenahmeeinrichtung. 60

15 Anforderungen an die Probenahme sowie Vorbereitung und Durchführung der Probenahme 60

16 Analyse 60

17 Aufstellen und Überprüfen der Analysenfunktion 63

18 Bestimmung der Wiederfindungsraten der $^{13}C_{12}$-markierten PCDD/PCDF-Standards . . 63

19 Quantifizierung. 63

20 Verfahrenskenngrößen 63
20.1 Standardabweichungen 63
20.2 Nachweisgrenzen 65
20.3 Wiederfindungsraten 66

Page

6.4 MS analysis procedure 37
6.5 MS conditions (example of application) . . 38
6.6 Blanks 41
6.7 Analytical report 42

7 Formulation and verification of the analytical function 43
7.1 Formulation of the analytical function . . . 43
7.2 Calibration and verification of the GC/MS system 44
7.3 Calibration of the overall procedure 48

8 Determination of the recovery rates of $^{13}C_{12}$-labelled PCDD/PCDF standards 48
8.1 Determination of the recovery rates of $^{13}C_{12}$-labelled PCDD/PCDF standards added prior to sampling (sampling standards). 48
8.2 Determination of the recovery rates of $^{13}C_{12}$-labelled PCDD/PCDF standards added prior to analysis (extraction standards). 48

9 Quantification 51
9.1 Evaluation of peak height and peak area . 51
9.2 Calculation of results. 52
9.3 Calculation of the toxic equivalents 54

10 Performance characteristics 54
10.1 General aspects 54
10.2 Intralaboratory results. 55
10.3 Interlaboratory results. 56
10.4 Lower detection limits 56

11 Interferences. 58

Part B Modified measurement procedure for the concentration range > 0.1 ng I-TEQ/m³ . . . 59

12 General 59

13 Devices and utilities 59

14 Assembly of the sampling train 60

15 Requirements for sampling, preparation and performance of sampling 60

16 Analysis 60

17 Formulation and verification of the analytical function. 63

18 Determination of the recovery rates of $^{13}C_{12}$-labelled PCDD/PCDF standards 63

19 Quantification 63

20 Performance characteristics 63
20.1 Standard deviations 63
20.2 Lower detection limits 65
20.3 Recovery rates. 66

Alle Rechte vorbehalten © Verein Deutscher Ingenieure, Düsseldorf 2003

Seite

21 Vergleichsmessungen 67

22 Störungen 71

23 Messung von PCDD/PCDF in Filterstaub, Kesselasche und Schlacke 71
23.1 Probenahme 71
23.2 Probenaufbereitung 72
23.3 Verfahrenskenngrößen 74
23.4 Messbericht 74

Anhang A 75
A1 Strukturen der PCDD und PCDF 75
A2 Toxizitätsäquivalente 75
A3 Sicherheitsvorkehrungen 75
A4 Transport. 75

Anhang B Probenahmebericht 78

Schrifttum 82

Page

21 Comparisan measurements 67

22 Interferences 71

23 Measurement of PCDDs/PCDFs in filter dust, potash and slag 71
23.1 Sampling 71
23.2 Sample preparation 72
23.3 Performance characteristics 74
23.4 Measurement report 74

Annex A 75
A1 Structures of PCDDs/PCDFs 75
A2 Toxic equivalents 75
A3 Safety measures 75
A4 Transport 75

Annex B Sampling report 79

Bibliography 82