

VEREIN  
DEUTSCHER  
INGENIEURE

Messen von Emissionen  
Messen von polychlorierten Dibenz-p-dioxinen (PCDD)  
und Dibenzofuranen (PCDF)  
Filter/Kühler-Methode  
Ausführungsbeispiel zur DIN EN 1948 im Konzentrations-  
bereich  $< 0,1 \text{ ng I-TEQ/m}^3$  und Ergänzung für den  
Konzentrationsbereich  $> 0,1 \text{ ng I-TEQ/m}^3$

Emission measurement  
Determination of polychlorinated dibenzo-p-dioxins  
(PCDDs) and dibenzofurans (PCDFs)  
Filter/condenser method  
Example of application of DIN EN 1948 for the  
concentration range  $< 0,1 \text{ ng I-TEQ/m}^3$  and  
supplement to DIN EN 1948 for the concentration range  
 $> 0,1 \text{ ng I-TEQ/m}^3$

VDI 3499

Blatt 2 / Part 2

Ausg. 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).*

*The German version of this guideline shall be taken as authorita-  
tive. No guarantee can be given with respect to the English trans-  
lation.*

Inhalt	Seite	Contents	Page
Vorbemerkung . . . . .	3	Preliminary note . . . . .	3
Einleitung . . . . .	4	Introduction . . . . .	4
<b>1 Einsatzmöglichkeiten . . . . .</b>	<b>7</b>	<b>1 Applications . . . . .</b>	<b>7</b>
<b>2 Grundlagen des Verfahrens . . . . .</b>	<b>9</b>	<b>2 Fundamentals of the procedure . . . . .</b>	<b>9</b>
<b>Teil A Ausführungsbeispiel zur DIN EN 1948 . . . . .</b>	<b>10</b>	<b>Part A Example of application to DIN EN 1948 . . . . .</b>	<b>10</b>
<b>3 Geräte und Betriebsmittel . . . . .</b>	<b>10</b>	<b>3 Equipment and accessories . . . . .</b>	<b>10</b>
3.1 Geräte . . . . .	10	3.1 Equipment . . . . .	10
3.2 Betriebsmittel . . . . .	13	3.2 Accessories . . . . .	13
<b>4 Aufbau der Probenahmeeinrichtung . . . . .</b>	<b>18</b>	<b>4 Assembly of the sampling train . . . . .</b>	<b>18</b>
<b>5 Anforderungen an die Probenahme sowie Vorbereitung und Durchführung der Probenahme . . . . .</b>	<b>19</b>	<b>5 Requirements for sampling, preparation and performance of sampling . . . . .</b>	<b>19</b>
5.1 Allgemeine Anforderungen an die Probenahme . . . . .	19	5.1 General requirements for sampling . . . . .	19
5.2 Vorbereitung . . . . .	22	5.2 Preparations . . . . .	22
5.3 Durchführung . . . . .	23	5.3 Sampling . . . . .	23
5.4 Nachbehandlung der Probenahmeapparatur	25	5.4 Re-treatment of the sampling train . . . . .	25
5.5 Probenlagerung . . . . .	27	5.5 Sample storage . . . . .	27
5.6 Probenahmebericht . . . . .	27	5.6 Sampling report . . . . .	27



Kommission Reinhaltung der Luft im VDI und DIN – Normenausschuss KRdL

Arbeitsgruppe Messen von Dioxinen im  
Ausschuss Emissionsmessverfahren

	Seite		Page
<b>6 Analyse</b> . . . . .	29	<b>6 Analysis</b> . . . . .	29
6.1 Probenvorbereitung, Extraktion, Probenreinigung, letzte Einengung des Probenextraktes und Zugabe von Wieder- findungsstandards . . . . .	29	6.1 Sample preparation, extraction, clean-up, final concentration of the sample extract and addition of extraction standards . . . . .	29
6.2 Durchführung der GC-Trennung . . . . .	35	6.2 GC analysis procedure . . . . .	35
6.3 GC-Bedingungen (Anwendungsbeispiel) . . . . .	38	6.3 GC conditions (example of application) . . . . .	38
6.4 Durchführen der MS-Bestimmung . . . . .	38	6.4 MS analysis procedure . . . . .	38
6.5 MS-Bedingungen (Anwendungsbeispiel) . . . . .	39	6.5 MS conditions (example of application) . . . . .	39
6.6 Blindwertproben . . . . .	42	6.6 Blanks . . . . .	42
6.7 Analysenbericht . . . . .	43	6.7 Analytical report . . . . .	43
<b>7 Aufstellen und Überprüfen der Analysen- funktion</b> . . . . .	44	<b>7 Formulation and verification of the analytical function</b> . . . . .	44
7.1 Aufstellen der Analysenfunktion . . . . .	44	7.1 Formulation of the analytical function . . . . .	44
7.2 Kalibrierung und Überprüfung des GC/MS-Systems . . . . .	45	7.2 Calibration and verification of the GC/MS system . . . . .	45
7.3 Kalibrieren des gesamten Verfahrens. . . . .	48	7.3 Calibration of the overall procedure . . . . .	48
<b>8 Bestimmung der Wiederfindungsraten der <sup>13</sup>C<sub>12</sub>-markierten PCDD/PCDF-Standards</b> . . . . .	49	<b>8 Determination of the recovery rates of <sup>13</sup>C<sub>12</sub>-labelled PCDD/PCDF standards</b> . . . . .	49
8.1 Bestimmung der Wiederfindungsrate der vor der Probenahme zugesetzten <sup>13</sup> C <sub>12</sub> -markierten PCDD/PCDF- Standards (Probenahmestandards) . . . . .	49	8.1 Determination of the recovery rates of <sup>13</sup> C <sub>12</sub> -labelled PCDD/PCDF standards added prior to sampling (sampling standards) . . . . .	49
8.2 Bestimmung der Wiederfindungsrate der vor der Analyse zugesetzten <sup>13</sup> C <sub>12</sub> - markierten PCDD/PCDF-Standards (Extraktionsstandards) . . . . .	49	8.2 Determination of the recovery rates of <sup>13</sup> C <sub>12</sub> -labelled PCDD/PCDF standards added prior to analysis (extraction standards) . . . . .	49
<b>9 Quantifizierung</b> . . . . .	52	<b>9 Quantification</b> . . . . .	52
9.1 Höhen- und Flächenauswertung . . . . .	52	9.1 Evaluation of peak height and peak area. . . . .	52
9.2 Berechnen der Ergebnisse . . . . .	53	9.2 Calculation of results. . . . .	53
9.3 Berechnen der Toxizitätsäquivalente . . . . .	55	9.3 Calculation of the toxic equivalents . . . . .	55
<b>10 Verfahrenskenngrößen</b> . . . . .	55	<b>10 Performance characteristics</b> . . . . .	55
10.1 Allgemeine Aspekte . . . . .	55	10.1 General aspects . . . . .	55
10.2 Intra-Labor-Ergebnisse . . . . .	56	10.2 Intralaboratory results. . . . .	56
10.3 Inter-Labor-Ergebnisse . . . . .	57	10.3 Interlaboratory results. . . . .	57
10.4 Nachweisgrenzen . . . . .	57	10.4 Lower detection limits . . . . .	57
<b>11 Störungen</b> . . . . .	59	<b>11 Interferences</b> . . . . .	59
<b>Teil B Modifiziertes Messverfahren für den Konzentrationsbereich &gt; 0,1 ng I-TEQ/m<sup>3</sup></b> . . . . .	59	<b>Part B Modified measurement procedure for the concentration range &gt; 0,1 ng I-TEQ/m<sup>3</sup></b> . . . . .	59
<b>12 Allgemeines</b> . . . . .	59	<b>12 General</b> . . . . .	59
<b>13 Geräte und Betriebsmittel</b> . . . . .	60	<b>13 Devices and accessories</b> . . . . .	60
<b>14 Aufbau der Probenahmeeinrichtung</b> . . . . .	61	<b>14 Assembly of the sampling train</b> . . . . .	61
<b>15 Anforderungen für die Probenahme sowie Vorbereitung und Durchführung der Probenahme</b> . . . . .	61	<b>15 Requirements for sampling, preparation and performance of sampling</b> . . . . .	61
<b>16 Analyse</b> . . . . .	61	<b>16 Analysis</b> . . . . .	61
<b>17 Aufstellen und Überprüfen der Analysen- funktion</b> . . . . .	62	<b>17 Formulation and verification of the analytical function</b> . . . . .	62

	Seite		Page
<b>18 Bestimmung der Wiederfindungsraten der <sup>13</sup>C<sub>12</sub>-markierten PCDD/PCDF-Standards . . .</b>	63	<b>18 Determination of the recovery rates of <sup>13</sup>C<sub>12</sub>-labelled PCDD/PCDF standards . . . .</b>	63
<b>19 Quantifizierung . . . . .</b>	63	<b>19 Quantification. . . . .</b>	63
<b>20 Verfahrenskenngrößen . . . . .</b>	63	<b>20 Performance characteristics. . . . .</b>	63
20.1 Standardabweichungen . . . . .	63	20.1 Standard deviations . . . . .	63
20.2 Nachweisgrenzen . . . . .	65	20.2 Lower detection limits . . . . .	65
<b>21 Vergleichsmessungen . . . . .</b>	66	<b>21 Comparison measurements . . . . .</b>	66
<b>22 Störungen . . . . .</b>	67	<b>22 Interferences . . . . .</b>	67
<b>23 Messbericht . . . . .</b>	67	<b>23 Measurement report . . . . .</b>	67
<b>Anhang A . . . . .</b>	68	<b>Annex A . . . . .</b>	68
A1 Strukturen der PCDD und PCDF . . . . .	68	A1 Structures of PCDDs/PCDFs . . . . .	68
A2 Toxizitätsäquivalente . . . . .	68	A2 Toxic equivalents. . . . .	68
A3 Sicherheitsvorkehrungen . . . . .	68	A3 Safety measures . . . . .	68
A4 Transport. . . . .	68	A4 Transport . . . . .	68
<b>Anhang B Probenahmebericht . . . . .</b>	71	<b>Annex B Sampling report. . . . .</b>	72
Schrifttum . . . . .	75	Bibliography . . . . .	75