ICS 13.040.40

VDI-RICHTLINIEN

Februar 2004
February 2004

VEREIN DEUTSCHER INGENIEURE

Messen von Emissionen
Messen von polychlorierten Dibenzo-p-dioxinen (PCDD) und Dibenzofuranen (PCDF)
Gekühltes-Absaugrohr-Methode
Ausführungsbeispiel zur DIN EN 1948 im Konzentrationsbereich < 0,1 ng I-TEQ/m³ und Ergänzung für den Konzentrationsbereich > 0,1 ng I-TEQ/m³

Emission measurement
Determination of polychlorinated dibenzo-p-dioxins (PCDDs) and dibenzofurans (PCDFs)
Cooled probe 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

VDI 3499

Blatt 3 / Part 3

Ausg. deutsch/englisch
Issue German/English

Frühere Ausgabe: 1.01 Entwurf, deutsch
Former edition: 1/01 draft, in German only

Zu beziehen durch / Available from Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin – Alle Rechte vorbehalten / All rights reserved © Verein Deutscher Ingenieure, Düsseldorf 2004

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.

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 authoritative. No guarantee can be given with respect to the English translation.

BESTÄTIGT VDI zuletzt 2026

Inhalt Seite

Vorbemerkung 3
Einleitung 4
1 Einsatzmöglichkeiten 7
2 Grundlage des Verfahrens 9
Teil A Ausführungsbeispiel zur DIN EN 1948 . . 11
3 Geräte und Betriebsmittel 11
3.1 Geräte und Betriebsmittel für die Variante I 11
3.2 Geräte und Betriebsmittel für die Variante II 18
3.3 Geräte und Betriebsmittel für die Analytik . 21
4 Aufbau der Probenahmeeinrichtung 24
4.1 Aufbau der Probenahmeeinrichtung nach Variante I 24
4.2 Aufbau der Probenahmeeinrichtung nach Variante II 26
5 Anforderungen an die Probenahme sowie Vorbereitung und Durchführung der Probenahme 27
5.1 Allgemeine Anforderungen an die Probenahme 27
5.2 Vorbereitung 30
5.3 Durchführung der Probenahme 32
5.4 Probenlagerung 35
5.5 Probenahmebericht 35

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 . 11
3 Equipment and accessories 11
3.1 Equipment and accessories of variantI . . . 11
3.2 Equipment and accessories of variantII . . 18
3.3 Devices and accessories for the analysis . . 21
4 Assembly of the sampling train 24
4.1 Assembly of the sampling train, variant I . 24
4.2 Assembly of the sampling train, variant II . 26
5 Requirements for sampling, preparation and performance of sampling 27
5.1 General requirements for sampling 27
5.2 Preparations 30
5.3 Sampling 32
5.4 Sample storage 35
5.5 Sampling report 35

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 2004

Seite

6 Analyse 37
6.1 Probenvorbehandlung, Extraktion, Probenreinigung, letzte Einengung des Probenextraktes und Zugabe von Wiederfindungsstandards 38
6.2 Durchführung der GC-Trennung 44
6.3 GC-Bedingungen (Anwendungsbeispiel) 46
6.4 Durchführen der MS-Bestimmung . . . 46
6.5 MS-Bedingungen (Anwendungsbeispiel) 48
6.6 Blindwertproben 51
6.7 Analysenbericht 51

7 Aufstellen und Überprüfen der Analysenfunktion 52
7.1 Aufstellen der Analysenfunktion 52
7.2 Kalibrierung und Überprüfung des GC/MS-Systems 54
7.3 Kalibrieren des gesamten Verfahrens . . 57

8 Bestimmung der Wiederfindungsraten der $^{13}C_{12}$-markierten PCDD/PCDF-Standards . . 58
8.1 Bestimmung der Wiederfindungsrate der vor der Probenahme zugesetzten $^{13}C_{12}$-markierten PCDD/PCDF-Standards (Probenahmestandards) . . . 58
8.2 Bestimmung der Wiederfindungsrate der vor der Analyse zugesetzten $^{13}C_{12}$-markierten PCDD/PCDF-Standards (Extraktionsstandards) 58

9 Quantifizierung 60
9.1 Höhen- und Flächenauswertung 60
9.2 Berechnen der Ergebnisse 61
9.3 Berechnen der Toxizitätsäquivalente . . 63

10 Verfahrenskenngrößen 64
10.1 Allgemeine Aspekte 64
10.2 Intra-Labor-Ergebnisse 65
10.3 Inter-Labor-Ergebnisse 65
10.4 Nachweisgrenzen 66

11 Störungen 68

Teil B Modifiziertes Messverfahren für den Konzentrationsbereich > 0,1 ng I-TEQ/m³ 68

12 Allgemeines 68

13 Geräte und Betriebsmittel 69

14 Aufbau der Probenahmeeinrichtung 69

15 Anforderungen für die Probenahme sowie Vorbereitung und Durchführung der Probenahme 69

16 Analyse 69

17 Aufstellen und Überprüfen der Analysenfunktion 71

Page

6 Analysis 37
6.1 Sample preparation, extraction, clean-up, final concentration of the sample extract and addition of recovery standards 38
6.2 GC analysis procedure 44
6.3 GC conditions (example of application) 46
6.4 MS analysis procedure 46
6.5 MS conditions (example of application) 48
6.6 Blanks 51
6.7 Analytical report 51

7 Formulation and verification of the analytical function 52
7.1 Formulation of the analytical function . 52
7.2 Calibration and verification of the GC/MS system 54
7.3 Calibration of the overall procedure . . 57

8 Determination of the recovery rates of $^{13}C_{12}$-labelled PCDD/PCDF standards 58
8.1 Determination of the recovery rates of $^{13}C_{12}$-labelled PCDD/PCDF standards added prior to sampling (sampling standards) 58
8.2 Determination of the recovery rates of $^{13}C_{12}$-labelled PCDD/PCDF standards added prior to analysis (extraction standards) 58

9 Quantification 60
9.1 Evaluation of peak height and peak area 60
9.2 Calculation of results 61
9.3 Calculation of the toxic equivalents . . . 63

10 Performance characteristics 64
10.1 General aspects 64
10.2 Intralaboratory results 65
10.3 Interlaboratory results 65
10.4 Lower detection limits 66

11 Interferences 68

Part B Modified measurement procedure for the concentration range > 0,1 ng I-TEQ/m³ . . . 68

12 General 68

13 Devices and accessories 69

14 Assembly of the sampling train 69

15 Requirements for sampling, preparation and performance of sampling 69

16 Analysis 69

17 Formulation and verification of the analytical function 71

Seite

18 Bestimmung der Wiederfindungsraten der $^{13}C_{12}$-markierten PCDD/PCDF-Standards . . 71

19 Quantifizierung 71

20 Verfahrenskenngrößen 71
20.1 Standardabweichungen 71
20.2 Nachweisgrenzen 75
20.3 Abscheidegrad 76

21 Vergleichsmessungen 76

22 Störungen 79

23 Messbericht 79

Anhang A 80
A1 Strukturen der PCDD und PCDF 80
A2 Toxizitätsäquivalente 80
A3 Sicherheitsvorkehrungen 80
A4 Transport. 80

Anhang B Probenahmebericht 83

Schrifttum 87

Page

18 Determination of the recovery rates of $^{13}C_{12}$-labelled PCDD/PCDF standards 71

19 Quantification 71

20 Performance characteristics 71
20.1 Standard deviations 71
20.2 Lower detection limits 75
20.3 Separation efficiency 76

21 Comparison measurements 76

22 Interferences 79

23 Measurement report 79

Annex A 80
A1 Structures of PCDDs/PCDFs 80
A2 Toxic equivalents 80
A3 Safety measures 80
A4 Transport 80

Annex B Sampling report 84

Bibliography 87