

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 Konzentrations-
bereich $< 0,1 \text{ ng I-TEQ/m}^3$ und Ergänzung für den
Konzentrationsbereich $> 0,1 \text{ ng I-TEQ/m}^3$

VDI 3499

Blatt 3 / Part 3

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 $< 0,1 \text{ ng I-TEQ/m}^3$ and
supplement to DIN EN 1948 for the concentration range
 $> 0,1 \text{ ng I-TEQ/m}^3$

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
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 variant I	11
3.2 Equipment and accessories of variant II	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

	Seite		Page
6 Analyse	37	6 Analysis	37
6.1 Probenvorbehandlung, Extraktion, Probenreinigung, letzte Einengung des Probenextraktes und Zugabe von Wiederfindungsstandards	38	6.1 Sample preparation, extraction, clean-up, final concentration of the sample extract and addition of recovery standards	38
6.2 Durchführung der GC-Trennung	44	6.2 GC analysis procedure	44
6.3 GC-Bedingungen (Anwendungsbeispiel)	46	6.3 GC conditions (example of application)	46
6.4 Durchführen der MS-Bestimmung	46	6.4 MS analysis procedure	46
6.5 MS-Bedingungen (Anwendungsbeispiel)	48	6.5 MS conditions (example of application)	48
6.6 Blindwertproben	51	6.6 Blanks	51
6.7 Analysenbericht	51	6.7 Analytical report	51
7 Aufstellen und Überprüfen der Analysenfunktion	52	7 Formulation and verification of the analytical function	52
7.1 Aufstellen der Analysenfunktion	52	7.1 Formulation of the analytical function	52
7.2 Kalibrierung und Überprüfung des GC/MS-Systems	54	7.2 Calibration and verification of the GC/MS system	54
7.3 Kalibrieren des gesamten Verfahrens	57	7.3 Calibration of the overall procedure	57
8 Bestimmung der Wiederfindungsraten der ¹³C₁₂-markierten PCDD/PCDF-Standards	58	8 Determination of the recovery rates of ¹³C₁₂-labelled PCDD/PCDF standards	58
8.1 Bestimmung der Wiederfindungsrate der vor der Probenahme zugesetzten ¹³ C ₁₂ -markierten PCDD/PCDF-Standards (Probenahmestandards)	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 Bestimmung der Wiederfindungsrate der vor der Analyse zugesetzten ¹³ C ₁₂ -markierten PCDD/PCDF-Standards (Extraktionsstandards)	58	8.2 Determination of the recovery rates of ¹³ C ₁₂ -labelled PCDD/PCDF standards added prior to analysis (extraction standards)	58
9 Quantifizierung	60	9 Quantification	60
9.1 Höhen- und Flächenauswertung	60	9.1 Evaluation of peak height and peak area	60
9.2 Berechnen der Ergebnisse	61	9.2 Calculation of results	61
9.3 Berechnen der Toxizitätsäquivalente	63	9.3 Calculation of the toxic equivalents	63
10 Verfahrenskenngrößen	64	10 Performance characteristics	64
10.1 Allgemeine Aspekte	64	10.1 General aspects	64
10.2 Intra-Labor-Ergebnisse	65	10.2 Intralaboratory results	65
10.3 Inter-Labor-Ergebnisse	65	10.3 Interlaboratory results	65
10.4 Nachweisgrenzen	66	10.4 Lower detection limits	66
11 Störungen	68	11 Interferences	68
Teil B Modifiziertes Messverfahren für den Konzentrationsbereich > 0,1 ng I-TEQ/m³	68	Part B Modified measurement procedure for the concentration range > 0,1 ng I-TEQ/m³	68
12 Allgemeines	68	12 General	68
13 Geräte und Betriebsmittel	69	13 Devices and accessories	69
14 Aufbau der Probenahmeeinrichtung	69	14 Assembly of the sampling train	69
15 Anforderungen für die Probenahme sowie Vorbereitung und Durchführung der Probenahme	69	15 Requirements for sampling, preparation and performance of sampling	69
16 Analyse	69	16 Analysis	69
17 Aufstellen und Überprüfen der Analysenfunktion	71	17 Formulation and verification of the analytical function	71

	Seite		Page
18 Bestimmung der Wiederfindungsraten der ¹³C₁₂-markierten PCDD/PCDF-Standards . . .	71	18 Determination of the recovery rates of ¹³C₁₂-labelled PCDD/PCDF standards . . .	71
19 Quantifizierung	71	19 Quantification.	71
20 Verfahrenskenngrößen	71	20 Performance characteristics.	71
20.1 Standardabweichungen	71	20.1 Standard deviations	71
20.2 Nachweisgrenzen	75	20.2 Lower detection limits	75
20.3 Abscheidegrad.	76	20.3 Separation efficiency	76
21 Vergleichsmessungen	76	21 Comparison measurements	76
22 Störungen	79	22 Interferences	79
23 Messbericht	79	23 Measurement report	79
Anhang A	80	Annex A	80
A1 Strukturen der PCDD und PCDF	80	A1 Structures of PCDDs/PCDFs	80
A2 Toxizitätsäquivalente	80	A2 Toxic equivalents.	80
A3 Sicherheitsvorkehrungen	80	A3 Safety measures	80
A4 Transport.	80	A4 Transport	80
Anhang B Probenahmebericht	83	Annex B Sampling report.	84
Schrifttum	87	Bibliography	87