

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/m<sup>3</sup> und Ergänzung für den  
Konzentrationsbereich > 0,1 ng I-TEQ/m<sup>3</sup>  
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/m<sup>3</sup> and supplement to  
DIN EN 1948 for the concentration range > 0,1 ng I-TEQ/m<sup>3</sup>  
Determination in filter dust, ash and slag

VDI 3499

Blatt 1 / Part 1

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).  
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	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 Grundlage 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>9</b>	<b>Part A Example of application to DIN EN 1948 . . . . .</b>	<b>9</b>
<b>3 Geräte und Betriebsmittel . . . . .</b>	<b>9</b>	<b>3 Equipment and accessories . . . . .</b>	<b>9</b>
3.1 Geräte . . . . .	9	3.1 Equipment . . . . .	9
3.2 Betriebsmittel . . . . .	13	3.2 Accessories . . . . .	13
<b>4 Aufbau der Probenahmeeinrichtung . . . . .</b>	<b>17</b>	<b>4 Assembly of the sampling train . . . . .</b>	<b>17</b>
<b>5 Anforderungen an die Probenahme sowie Vorbereitung und Durchführung der Probenahme . . . . .</b>	<b>20</b>	<b>5 Requirements for sampling, preparation and performance of sampling . . . . .</b>	<b>20</b>
5.1 Allgemeine Anforderungen an die Probenahme . . . . .	20	5.1 General requirements for sampling . . . . .	20
5.2 Vorbereitung . . . . .	23	5.2 Preparations . . . . .	23
5.3 Durchführung . . . . .	24	5.3 Sampling . . . . .	24
5.4 Probenlagerung . . . . .	26	5.4 Sample storage . . . . .	26
5.5 Probenahmebericht . . . . .	27	5.5 Sampling report . . . . .	27
<b>6 Analyse . . . . .</b>	<b>29</b>	<b>6 Analysis . . . . .</b>	<b>29</b>
6.1 Probenvorbehandlung, Extraktion, Probenreinigung, letzte Einengung des Probenextraktes und Zugabe von Spritzenstandards . . . . .	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 . . . . .	34	6.2 GC analysis procedure . . . . .	34
6.3 GC-Bedingungen (Anwendungsbeispiel) . . . . .	37	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

	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
<b>7</b>	<b>Aufstellen und Überprüfen der Analysen-</b>		<b>7 Formulation and verification of the</b>	
	<b>funktion . . . . .</b>	<b>43</b>	<b>analytical function . . . . .</b>	<b>43</b>
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
<b>8</b>	<b>Bestimmung der Wiederfindungsraten</b>		<b>8 Determination of the recovery rates of</b>	
	<b>der <sup>13</sup>C<sub>12</sub>-markierten PCDD/PCDF-Standards</b>	<b>48</b>	<b><sup>13</sup>C<sub>12</sub>-labelled PCDD/PCDF standards</b>	<b>48</b>
8.1	Bestimmung der Wiederfindungsrate		8.1 Determination of the recovery rates of	
	der vor der Probenahme zugesetzten		<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -labelled PCDD/PCDF standards	
	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -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		<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -labelled PCDD/PCDF standards	
	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -markierten PCDD/PCDF-Standards		added prior to analysis (extraction	
	(Extraktionsstandards) . . . . .	48	standards). . . . .	48
<b>9</b>	<b>Quantifizierung . . . . .</b>	<b>51</b>	<b>9 Quantification . . . . .</b>	<b>51</b>
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
<b>10</b>	<b>Verfahrenskenngrößen . . . . .</b>	<b>54</b>	<b>10 Performance characteristics . . . . .</b>	<b>54</b>
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
<b>11</b>	<b>Störungen . . . . .</b>	<b>58</b>	<b>11 Interferences. . . . .</b>	<b>58</b>
<b>Teil B</b>	<b>Modifiziertes Messverfahren für den</b>		<b>Part B Modified measurement procedure for</b>	
	<b>Konzentrationsbereich &gt; 0,1 ng I-TEQ/m<sup>3</sup> . . . . .</b>	<b>59</b>	<b>the concentration range &gt; 0.1 ng I-TEQ/m<sup>3</sup> . . . . .</b>	<b>59</b>
<b>12</b>	<b>Allgemeines . . . . .</b>	<b>59</b>	<b>12 General . . . . .</b>	<b>59</b>
<b>13</b>	<b>Geräte und Betriebsmittel . . . . .</b>	<b>59</b>	<b>13 Devices and utilities . . . . .</b>	<b>59</b>
<b>14</b>	<b>Aufbau der Probenahmeeinrichtung. . . . .</b>	<b>60</b>	<b>14 Assembly of the sampling train . . . . .</b>	<b>60</b>
<b>15</b>	<b>Anforderungen an die Probenahme sowie</b>		<b>15 Requirements for sampling, preparation</b>	
	<b>Vorbereitung und Durchführung der</b>		<b>and performance of sampling . . . . .</b>	<b>60</b>
	<b>Probenahme . . . . .</b>	<b>60</b>		
<b>16</b>	<b>Analyse . . . . .</b>	<b>60</b>	<b>16 Analysis . . . . .</b>	<b>60</b>
<b>17</b>	<b>Aufstellen und Überprüfen der Analysen-</b>		<b>17 Formulation and verification of the</b>	
	<b>funktion. . . . .</b>	<b>63</b>	<b>analytical function. . . . .</b>	<b>63</b>
<b>18</b>	<b>Bestimmung der Wiederfindungsraten der</b>		<b>18 Determination of the recovery rates of</b>	
	<b><sup>13</sup>C<sub>12</sub>-markierten PCDD/PCDF-Standards . . . . .</b>	<b>63</b>	<b><sup>13</sup>C<sub>12</sub>-labelled PCDD/PCDF standards . . . . .</b>	<b>63</b>
<b>19</b>	<b>Quantifizierung. . . . .</b>	<b>63</b>	<b>19 Quantification . . . . .</b>	<b>63</b>
<b>20</b>	<b>Verfahrenskenngrößen . . . . .</b>	<b>63</b>	<b>20 Performance characteristics . . . . .</b>	<b>63</b>
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
<b>21 Vergleichsmessungen</b> . . . . .	67	<b>21 Comparisan measurements</b> . . . . .	67
<b>22 Störungen</b> . . . . .	71	<b>22 Interferences</b> . . . . .	71
<b>23 Messung von PCDD/PCDF in Filterstaub, Kesselasche und Schlacke</b> . . . . .	71	<b>23 Measurement of PCDDs/PCDFs in filter dust, potash and slag</b> . . . . .	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
<b>Anhang A</b> . . . . .	75	<b>Annex A</b> . . . . .	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
<b>Anhang B</b> Probenahmebericht . . . . .	78	<b>Annex B</b> Sampling report . . . . .	79
Schrifttum . . . . .	82	Bibliography . . . . .	82

### Vorbemerkung

In der Kommission Reinhaltung der Luft im VDI und DIN – Normenausschuss KRdL erarbeiten Fachleute aus Wissenschaft, Industrie und Verwaltung in freiwilliger Selbstverantwortung VDI-Richtlinien und DIN-Normen zum Umweltschutz. Diese beschreiben den Stand der Technik bzw. den Stand der Wissenschaft in der Bundesrepublik Deutschland und dienen als Entscheidungshilfen bei der Erarbeitung und Anwendung von Rechts- und Verwaltungsvorschriften. Die Arbeitsergebnisse der KRdL fließen ferner als gemeinsamer deutscher Standpunkt in die europäische technische Regelsetzung bei CEN (Europäisches Komitee für Normung) und in die internationale technische Regelsetzung bei ISO (Internationale Organisation für Normung) ein.

Folgende Themenschwerpunkte werden in vier Fachbereichen behandelt:

#### *Fachbereich I*

##### *„Umweltschutztechnik“*

Produktionsintegrierter Umweltschutz; Verfahren und Einrichtungen zur Emissionsminderung; ganzheitliche Betrachtung von Emissionsminderungsmaßnahmen unter Berücksichtigung von Luft, Wasser und Boden; Emissionswerte für Stäube und Gase; anlagenbezogene messtechnische Anleitungen; Umweltschutzkostenrechnung

#### *Fachbereich II „Umweltmeteorologie“*

Ausbreitung von Luftverunreinigungen in der Atmosphäre; störfallbedingte Freisetzungen; mikro- und mesoskalige Windfeldmodelle; Wech-

### Preliminary note

In the Commission on Air Pollution Prevention of VDI and DIN – Standards Committee KRdL experts from science, industry and administration, acting on their own responsibility, establish VDI guidelines and DIN standards in the field of environmental protection. These describe the state of the art in science and technology in the Federal Republic of Germany and serve as a decision-making aid in the preparatory stages of legislation and application of legal regulations and ordinances. KRdL's working results are also considered as the common German point of view in the establishment of technical rules on the European level by CEN (European Committee for Standardization) and on the international level by ISO (International Organization for Standardization).

The following topics are dealt with in four subdivisions:

#### *Subdivision I*

##### *„Environmental Protection Techniques“*

Integrated pollution prevention and control for installations; procedures and installations for emission control; overall consideration of measures for emission control with consideration given to the air, water and soil; emission limits for dusts and gases; plant-related measurement instructions; environmental industrial cost accounting

#### *Subdivision II „Environmental Meteorology“*

Dispersion of pollutants in the atmosphere; emissions from accidental releases; micro- and meso-scale wind field models; interaction between the