

VEREIN
DEUTSCHER
INGENIEURE

Messen von Immissionen – Messen von Innenraumluft
Messen von polychlorierten Dibenzop-dioxinen und
Dibenzofuranen
Verfahren mit großem Filter

Ambient air measurement – Indoor air measurement
Measurement of polychlorinated dibenzo-p-dioxins
and dibenzofurans
Method using large filters

VDI 3498

Blatt 1 / Part 1

Ausg. deutsch/englisch
Issue German/English

*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.*

Inhalt	Seite	Contents	Page
Vorbemerkung	2	Preliminary note	2
Einleitung	3	Introduction.	3
1 Anwendungsbereich	5	1 Scope	5
2 Grundlage des Verfahrens	6	2 Principle of method	6
3 Geräte und Betriebsmittel	6	3 Apparatus and materials	6
3.1 Geräte für die Probenahme	6	3.1 Sampling apparatus	6
3.2 Betriebsmittel für die Probenahme	7	3.2 Sampling materials.	7
3.3 Geräte für die Probenaufbereitung	9	3.3 Sample preparation apparatus	9
3.4 Chemikalien für die Probenaufbereitung	10	3.4 Sample preparation reagents.	10
3.5 ¹³ C-markierte Standards.	11	3.5 ¹³ C-labelled standards	11
3.6 Geräte für die Quantifizierung.	12	3.6 Quantification apparatus	12
4 Probenahme	13	4 Sampling	13
4.1 Aufbau der Probenahmeeinrichtung und Vorbereitung der Probenahme	13	4.1 Sampling device set-up and sampling preparation	13
4.2 Durchführen der Probenahme	13	4.2 Sampling procedure	13
5 Analyse.	15	5 Analysis.	15
5.1 Durchführen der Probenaufbereitung	15	5.1 Sample preparation procedure	15
5.2 Durchführen der GC-Trennung	18	5.2 GC separation procedure.	18
5.3 GC-Bedingungen (Anwendungsbeispiel).	19	5.3 GC conditions (example)	19
5.4 Durchführen der MS-Bestimmung	22	5.4 MS procedure	22
5.5 MS-Bedingungen (Anwendungsbeispiel).	23	5.5 MS conditions (example)	23
6 Identifizierung und Quantifizierung	25	6 Identification and quantification	25
6.1 Aufstellen der Analysenfunktion	25	6.1 Establishing the analytical function	25
6.2 Kalibrierung und Überprüfung des GC/MS.	26	6.2 Calibration and checking of GC/MS.	26
6.3 Überprüfen des Verfahrens	27	6.3 Checking the method.	27
6.4 Quantifizierung	29	6.4 Quantification	29
6.5 Wiederfindung.	30	6.5 Recovery	30
6.6 Berechnung und Angabe der Ergebnisse	32	6.6 Calculation and presentation of results	32
6.7 Berechnen der Toxizitätsäquivalente	32	6.7 Calculation of the toxic equivalents	32



Kommission Reinhaltung der Luft im VDI und DIN – Normenausschuss KRdL

Arbeitsgruppe Messen von Dioxinen (I)
Ausschuss Immissionsmessverfahren

	Seite
7 Verfahrenskenngrößen	33
7.1 Standardabweichung des Gesamtverfahrens (Probenahme, Aufbereitung und Analytik)	33
7.2 Nachweisgrenzen	33
8 Störungen	36
9 Vergleichsmessungen	37
Anhang A Strukturen der PCDD und PCDF	38
Anhang B Berechnung der Toxizitätsäquivalente.	39
Schrifttum	40

	Page
7 Performance characteristics	33
7.1 Standard deviation of the overall method (sampling, preparation and analysis).	33
7.2 Detection limits.	33
8 Interferences	36
9 Comparison measurements	37
Annex A Structures of PCDDs and PCDFs	38
Annex B Calculation of toxic equivalents	39
Bibliography	40

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; Wechselwirkung zwischen Atmosphäre und Oberflächen; meteorologische Messungen; angewandte Klimatologie; Lufthygienekarten; human-biometeorologische Bewertung von Klima und Lufthygiene; Übertragung meteorologischer Daten

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 atmosphere and surfaces; meteorological measurements; applied climatology; air pollution maps; human-biometeorological evaluation of climate and air hygiene; transfer of meteorological data

Fachbereich III „Umweltqualität“

Wirkung von Luftverunreinigungen auf Mensch, Tier, Pflanze, Boden, Werkstoffe und Atmosphäre; wirkungsbezogene Mess- und Erhebungsverfahren; Erfassung und Wirkung mikrobieller Luftverunreinigungen; Olfaktometrie; Umweltsimulation

*Fachbereich IV
„Umweltmesstechnik“*

Emissions- und Immissionsmesstechnik für anorganische und organische Gase sowie für Partikel; optische Fernmessverfahren; Messen von Innenraumluftverunreinigungen; Messen von Bodenluftverunreinigungen; Verfahren zur Herstellung von Referenzmaterialien; Prüfpläne für Messgeräte; Validierungsverfahren; Messplanung; Auswerteverfahren; Qualitätssicherung

Die Richtlinien und Normen werden zunächst als Entwurf veröffentlicht. Durch Ankündigung im Bundesanzeiger und in der Fachpresse erhalten alle interessierten Kreise die Möglichkeit, sich an einem öffentlichen Einspruchsverfahren zu beteiligen. Durch dieses Verfahren wird sichergestellt, dass unterschiedliche Meinungen vor Veröffentlichung der endgültigen Fassung berücksichtigt werden können.

Die Richtlinien und Normen sind in sechs Bänden des VDI/DIN-Handbuches Reinhaltung der Luft zusammengefasst.

Einleitung

Als polychlorierte Dibenzop-dioxine (PCDD) und polychlorierte Dibenzofurane (PCDF) werden zwei Gruppen verwandter chlorierter aromatischer Ether bezeichnet, die aus insgesamt 210 Einzelstoffen (Kongeneren) bestehen, 75 PCDD und 135 PCDF (Strukturen siehe Anhang A).

PCDD und PCDF können bei der Verbrennung von organischem Material, insbesondere chlororganischer Stoffe, entstehen; andererseits bilden sie sich als unerwünschte Nebenprodukte bei der Herstellung oder Weiterverarbeitung von chlororganischen Chemikalien. Über diese Emissionspfade und durch die Anwendung kontaminierter Stoffe gelangen die PCDD/F in die Umwelt. Sie sind in sehr geringen Konzentrationen bereits ubiquitär vorhanden. In der Außenluft und im Innenraum wurden PCDD/F im fg/m^3 - bis pg/m^3 -Bereich gefunden. Sie liegen zum Teil partikelgebunden, zum Teil gasförmig bzw. filtergängig vor. Die Innenraumbelastung beruht überwiegend auf der Verwendung von Pentachlorphenol,

Subdivision III "Environmental Quality"

Effects of air pollutants on man, farm animals, vegetation, soil, materials, and the atmosphere; methods for the measurement and evaluation of effects; determination of microbial air pollutants and their effects; olfactometry; environmental simulation

*Subdivision IV
"Environmental Measurement Techniques"*

Techniques for emission and ambient air measurements of inorganic and organic gases as well as particulate matter; optical open-path measurement methods; measurement of indoor air pollutants, measurement of soil air pollutants; procedures for establishing reference material; test procedures for measurement devices; validation procedures; measurement planning; evaluation methods; quality assurance

The guidelines and standards are first published as drafts. These are announced in the Bundesanzeiger (Federal Gazette) and in professional publications in order to give all interested parties the opportunity to participate in an official objection procedure. This procedure ensures that differing opinions can be considered before the final version is published.

The guidelines and standards are published in the six-volume VDI/DIN Reinhaltung der Luft (Air Pollution Prevention) manual.

Introduction

Polychlorinated dibenzo-p-dioxins (PCDDs) and polychlorinated dibenzofurans (PCDFs) are two groups of related chlorinated aromatic ethers consisting of a total of 210 individual substances (congeners), 75 PCDDs and 135 PCDFs (see Annex A for structures).

PCDDs and PCDFs can be formed in the combustion of organic material, in particular organochlorines; they are also formed as unwanted byproducts in the manufacture or further processing of organochlorines. PCDDs/PCDFs pass into the environment via these emission routes and via the use of contaminated materials. They are already ubiquitous in the environment at very low concentrations. PCDDs/PCDFs have been found in ambient air and indoor air in the fg/m^3 to pg/m^3 range, partly particle-bound, and partly gaseous or as filter-passing matter. Indoor air pollution is due predominantly to the use of pentachlorophenol, in particular as a wood preservative [1; 2]. Of the toxicologically important tetrachlorinated to octachlorinated homologues, all of the 2,3,7,8-substituted congeners exhibit extremely high