

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
Vorbemerkung . . . . .	2
Einleitung . . . . .	3
<b>1 Anwendungsbereich . . . . .</b>	<b>5</b>
<b>2 Grundlage des Verfahrens . . . . .</b>	<b>6</b>
<b>3 Geräte und Betriebsmittel . . . . .</b>	<b>6</b>
3.1 Geräte für die Probenahme . . . . .	6
3.2 Betriebsmittel für die Probenahme . . . . .	7
3.3 Geräte für die Probenaufbereitung . . . . .	9
3.4 Chemikalien für die Probenaufbereitung . . . . .	10
3.5 <sup>13</sup> C-markierte Standards . . . . .	11
3.6 Geräte für die Quantifizierung . . . . .	12
<b>4 Probenahme . . . . .</b>	<b>13</b>
4.1 Aufbau der Probenahmeeinrichtung und Vorbereitung der Probenahme . . . . .	13
4.2 Durchführen der Probenahme . . . . .	13
<b>5 Analyse . . . . .</b>	<b>15</b>
5.1 Durchführen der Probenaufbereitung . . . . .	15
5.2 Durchführen der GC-Trennung . . . . .	18
5.3 GC-Bedingungen (Anwendungsbeispiel) . . . . .	19
5.4 Durchführen der MS-Bestimmung . . . . .	22
5.5 MS-Bedingungen (Anwendungsbeispiel) . . . . .	23
<b>6 Identifizierung und Quantifizierung . . . . .</b>	<b>25</b>
6.1 Aufstellen der Analysenfunktion . . . . .	25
6.2 Kalibrierung und Überprüfung des GC/MS. . . . .	26
6.3 Überprüfen des Verfahrens . . . . .	27
6.4 Quantifizierung . . . . .	29
6.5 Wiederfindung . . . . .	30
6.6 Berechnung und Angabe der Ergebnisse . . . . .	32
6.7 Berechnen der Toxizitätsäquivalente . . . . .	32

Contents	Page
Preliminary note . . . . .	2
Introduction . . . . .	3
<b>1 Scope . . . . .</b>	<b>5</b>
<b>2 Principle of method . . . . .</b>	<b>6</b>
<b>3 Apparatus and materials . . . . .</b>	<b>6</b>
3.1 Sampling apparatus . . . . .	6
3.2 Sampling materials . . . . .	7
3.3 Sample preparation apparatus . . . . .	9
3.4 Sample preparation reagents . . . . .	10
3.5 <sup>13</sup> C-labelled standards . . . . .	11
3.6 Quantification apparatus . . . . .	12
<b>4 Sampling . . . . .</b>	<b>13</b>
4.1 Sampling device set-up and sampling preparation . . . . .	13
4.2 Sampling procedure . . . . .	13
<b>5 Analysis . . . . .</b>	<b>15</b>
5.1 Sample preparation procedure . . . . .	15
5.2 GC separation procedure . . . . .	18
5.3 GC conditions (example) . . . . .	19
5.4 MS procedure . . . . .	22
5.5 MS conditions (example) . . . . .	23
<b>6 Identification and quantification . . . . .</b>	<b>25</b>
6.1 Establishing the analytical function . . . . .	25
6.2 Calibration and checking of GC/MS. . . . .	26
6.3 Checking the method. . . . .	27
6.4 Quantification . . . . .	29
6.5 Recovery . . . . .	30
6.6 Calculation and presentation of results . . . . .	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
<b>7 Verfahrenskenngrößen</b> . . . . .	33
7.1 Standardabweichung des Gesamtverfahrens (Probenahme, Aufbereitung und Analytik) . . . . .	33
7.2 Nachweisgrenzen . . . . .	33
<b>8 Störungen</b> . . . . .	36
<b>9 Vergleichsmessungen</b> . . . . .	37
<b>Anhang A</b> Strukturen der PCDD und PCDF . . . . .	38
<b>Anhang B</b> Berechnung der Toxizitätsäquivalente . . . . .	39
Schrifttum . . . . .	40

	Page
<b>7 Performance characteristics</b> . . . . .	33
7.1 Standard deviation of the overall method (sampling, preparation and analysis). . . . .	33
7.2 Detection limits. . . . .	33
<b>8 Interferences</b> . . . . .	36
<b>9 Comparison measurements</b> . . . . .	37
<b>Annex A</b> Structures of PCDDs and PCDFs . . . . .	38
<b>Annex B</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-bio-meteorologische Bewertung von Klima und Luft-hygiene; 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  $\text{fg}/\text{m}^3$ - bis  $\text{pg}/\text{m}^3$ -Bereich gefunden. Sie liegen zum Teil partikelgebunden, zum Teil gasförmig bzw. filtergängig vor. Die Innenraumbelastung beruht überwiegend auf der Verwendung von Pentachlorphenol, insbesondere als Holzschutzmittel [1; 2]. Innerhalb der toxikologisch bedeutsamen Tetra- bis Octachlor-

*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  $\text{fg}/\text{m}^3$  to  $\text{pg}/\text{m}^3$  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