

DIN EN 1948-1

DIN

ICS 13.040.40

Einsprüche bis 2004-03-31
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 1948-1:1997-05**Entwurf**

**Emissionen aus stationären Quellen –
Bestimmung der Massenkonzentration von PCDD/PCDF und
dioxin-ähnlichen PCB –
Teil 1: Probenahme;
Deutsche Fassung prEN 1948-1:2003**

Stationary source emissions –
Determination of the mass concentration of PCDDs/PCDFs and dioxin-like PCBs –
Part 1: Sampling;
German version prEN 1948-1:2003

Émissions de sources fixes –
Détermination de la concentration massique en PCDDs/PCDFs et PCBs de type dioxine –
Partie 1: Prélèvement;
Version allemande prEN 1948-1:2003

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise als Datei per E-Mail an krdl@din.de in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an die Kommission Reinhaltung der Luft (KRdL) im VDI und DIN - Normenausschuss, 40002 Düsseldorf (Hausanschrift: Robert-Stolz-Str. 5, 40470 Düsseldorf).

Gesamtumfang 62 Seiten

Kommission Reinhaltung der Luft (KRdL) im VDI und DIN - Normenausschuss

Diese Norm ist Bestandteil des VDI/DIN-Handbuches Reinhaltung der Luft, Band 5.

Nationales Vorwort

Der europäische Norm-Entwurf prEN 1948-1:2003 wurde im Europäischen Komitee für Normung (CEN) in der Arbeitsgruppe 1 „Dioxine (Emission)“ (Sekretariat und Obmannschaft: Deutschland) des Technischen Komitees CEN/TC 264 „Luftbeschaffenheit“ (Sekretariat: Deutschland) unter intensiver Mitwirkung deutscher Experten, die von der Kommission Reinhaltung der Luft (KRdL) im VDI und DIN – Normenausschuss benannt worden sind, erarbeitet.

Für die im Inhalt zitierten Technischen Regeln wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

EN 1948-2	siehe E DIN EN 1948-2
EN 1948-3	siehe E DIN EN 1948-3
EN 13284-1	siehe DIN EN 13284-1
ISO/IEC 17025	siehe DIN EN ISO/IEC 17025

Änderungen

Gegenüber DIN EN 1948-1:1997-05 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- **Titel:** Erweiterung des Titels in Hinblick auf die zukünftige EN 1948-4 zur Bestimmung von dioxin-ähnlichen PCB
- **Vorwort:** Streichung aller Vorgängerdokumente, die als Grundlage bei der Erstellung der EN 1948 gedient haben sowie der Aufstellung der an der Normenerstellung beteiligten Normungsinstitute
- **Vorwort:** Aktualisierung des Hinweises zur Mandatierung der Norm und zur Erfüllung der grundlegenden Anforderungen der EU-Direktiven 94/67/EC und 2000/76/EC.
- **Einleitung:** Neuer Hinweis, dass nur qualifiziertes Fachpersonal, das mit dem Umgang von hochtoxischen Verbindungen vertraut ist, das in dieser Europäischen Norm beschriebene Verfahren anwenden sollte (analog EN 1948-2 und EN 1948-3).
- **Normative Verweisungen:** Aktualisierung der Verweise auf EN 1948-2:2003, EN 1948-3:2003.
- **Normative Verweisungen:** Verweis auf EN 13284-1:2001 zur Staubprobenahme anstelle ISO 9096, daher ersatzlose Streichung sämtlicher Verweise auf ISO 9096 und Ersatz durch EN 13284-1:2001.
- **Normative Verweisungen:** Zusätzlicher normativer Verweis auf ISO/IEC 17025:1999
- **Normative Verweisungen:** Ersatzlose Streichung des Verweises auf ISO 4793:1980
- **Abschnitt 3 Begriffe:** Unterscheidung zwischen Abschnitt 3 „Begriffe“ und Abschnitt 4 „Symbole und Abkürzungen“, daraus ergibt sich eine veränderte Nummerierung der folgenden Kapitel.
- **Abschnitt 3:** Zusätzlicher Literaturhinweis auf ISO 6879:1995
- **Abschnitt 3:** Korrigierte Definition des „Blindwertes“ zur Verdeutlichung.
- **Abschnitt 3:** Korrigierte Definition des „Extraktionsblindwertes“ zur Verdeutlichung.
- **Abschnitt 3:** Korrigierte Definition des „Probenahmestandards“: nur Furane.
- **Abschnitt 3:** Umbenennung „Spritzenstandard“ in „Wiederfindungsstandard“
- **Abschnitt 3:** Korrigierte Definition des „Wiederfindungsstandards“: nur Dioxine.
- **Abschnitt 3:** Zusätzliche Definition von „dioxin-ähnlichen PCB“
- **Abschnitt 3:** Zusätzliche Definition von „Abgas-Probenahmevermögen“
- **Abschnitt 3:** Zusätzliche Definition von „Messserie“ bzw. „Probenahmekampagne“
- **Abschnitt 4 Symbole und Abkürzungen:** Streichung der Abkürzung GC/MS
- **Abschnitt 4:** Zusätzliche Abkürzung PCB
- **Abschnitt 5.1 Probenahme:** Streichung der vorgeschriebenen Temperatur von 40 °C bzw. 20 °C des gekühlten Probengases, zusätzlicher Verweis auf Abschnitt 7.1.c und die dort gemachten zusätzlichen Validierungsanforderungen an die mittlere Adsorbentemperatur.
- **Abschnitt 5.1:** Korrigierte Erklärung zur Taupunktunterschreitung bzw. zum Anstieg der relativen Feuchte.

- **Abschnitt 6.1 Allgemeine Probenahmegeräte:** Erweiterung der Auflistung der allgemeinen Probenahmegeräte, Streichen der alten Abschnitte 5.1.1 bis 5.1.4 mit den Einzelaufstellungen der Geräte für die unterschiedlichen Probenahmeverfahren, weil alle Details im Anhang B aufgeführt sind.
- **Abschnitt 6.1:** Zusätzliche Anmerkung zum Sauerstoffgehalt und den Einfluss auf die Verfahrenskenngrößen
- **Abschnitt 6.2 Materialien:** Erweiterung der Materialanforderungen
- **Abschnitt 6.3:** Zusätzlicher Abschnitt 6.3 „Reinigung der Probenahmegeräte“
- **Abschnitt 7.1a Verfahrensvalidierung:** Anforderungen an den Abscheidegrad der Planfilter analog EN 13284-1:2001
- **Abschnitt 7.1c:** Korrektur der Validierungsanforderung an das Probenahmenvolumen
- **Abschnitt 7.1c:** Zusätzliche Validierungsanforderungen an die mittlere Adsorbenttemperatur.
- **Abschnitt 7.2a Anforderungen an Probenahme:** Der Feldblindwert muss nach dem neuen Abschnitt 7.3 durchgeführt werden
- **Abschnitt 7.2b:** Anforderung zur Nachweisgrenze nach EN 1948-3 wurde ergänzt, Formel zur Berechnung der Nachweisgrenze nach EN 1948-3 wurde ergänzt, Anmerkungen zum Mindest-Probenahmenvolumen und zur Mindest-Probenahmedauer nach 2000/76/EG wurden ergänzt
- **Abschnitt 7.2:** Maximale Probenahmedauer von 8 h wurde gestrichen
- **Abschnitt 7.2c:** Ergänzung des zu dotierenden Apparatebestandteils
- **Abschnitt 7.3 Anforderungen an den Blindwert:** Zusätzlicher Abschnitt mit einer ergänzten und korrigierten Zusammenstellung aller Anforderungen an den Blindwert.
- **Abschnitt 7.4, 7.5, 7.6 Zusätzliche Anforderungen für die drei verschiedenen Verfahren:** Anforderung, die Probenahmegeräte ausschließlich nach den Bildern in Anhang B zusammenzufügen, wurde gestrichen
- **Abschnitt 7.4, 7.5, 7.6 Zusätzliche Anforderungen für die drei verschiedenen Verfahren:** die Anforderung zur Kühlung des Probengases auf eine festgelegte Temperatur von 20 °C bzw. 40 °C wurde gestrichen.
- **Abschnitt 9.3.5.2 Probenlagerung:** Anforderung, die Proben unter 4 °C zu lagern wurde gestrichen
- **Abschnitt 9.4 Berechnung des Abgasvolumens:** Korrektur der Formellegende (neue Formelnr. 3) zur Umrechnung auf Normbedingungen.
- **Abschnitt 9.5 Probenahmebericht:** Ergänzung des Inhaltes und der Bedeutung des Probenahmeberichtes
- **Anhang A:** Überarbeitung / Aktualisierung der Toxizität der PCDD/PCDF nach den Vorgaben der WHO
- **Anhang B:** Ergänzung von Literaturhinweisen
- **Anhang B 1.5b:** Korrektur der Filterposition
- **Anhang E / F:** Streichung der Anhänge zur Gehaltsbestimmung von Feuchte und Sauerstoff
- **Anhang ZA:** Aktualisierung des Hinweises zur Mandatierung der Norm und zur Erfüllung der grundlegenden Anforderungen der EU-Direktiven 94/67/EC und 2000/76/EC.
- **Literaturhinweise:** Aktualisierung

Nationaler Anhang NA
(informativ)**Literaturhinweise**

E DIN EN 1948-2:2004, *Emissionen aus stationären Quellen — Bestimmung der Massenkonzentration von PCDD/PCDF und dioxinähnlichen PCB — Teil 2: Extraktion und Reinigung von PCDD/PCDF; Deutsche Fassung prEN 1948-2:2003.*

E DIN EN 1948-3:2004, *Emissionen aus stationären Quellen — Bestimmung der Massenkonzentration von PCDD/PCDF und dioxinähnlichen PCB — Teil 3: Identifizierung und Quantifizierung von PCDD/PCDF; Deutsche Fassung prEN 1948-3:2003.*

DIN EN 13284-1:2002-04, *Emissionen aus stationären Quellen — Ermittlung der Staubmassenkonzentration bei geringen Staubkonzentrationen — Teil 1: Manuelles gravimetrisches Verfahren; Deutsche Fassung EN 13284-1:2001.*

DIN EN ISO/IEC 17025:2000-04, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien (ISO/IEC 17025:1999); Dreisprachige Fassung EN ISO/IEC 17025:2000.*

VDI 3498 Blatt 1:2002-07, *Messen von Immissionen — Messen von Innenraumlufte — Messen von polychlorierten Dibenzo-p-dioxinen und Dibenzofuranen: Verfahren mit großem Filter.*

VDI 3498 Blatt 2:2002-07, *Messen von Immissionen — Messen von Innenraumlufte — Messen von polychlorierten Dibenzo-p-dioxinen und Dibenzofuranen: Verfahren mit kleinem Filter.*

VDI 3499 Blatt 1:2003-07, *Messen von Emissionen — Messen von polychlorierten Dibenzo-p-dioxinen (PCDD) und Dibenzofuranen (PCDF) — Verdünnungsmethode; Ausführungsbeispiel zur DIN EN 1948 im Konzentrationsbereich $< 0,1 \text{ ng I-TEQ/m}^3$ und Ergänzung für den Konzentrationsbereich $> 0,1 \text{ ng I-TEQ/m}^3$; Bestimmung in Filterstaub, Kesselasche und Schlacken.*

E VDI 3499 Blatt 2:2001-01, *Messen von Emissionen — Messen von polychlorierten Dibenzo-p-dioxinen (PCDD) und Dibenzofuranen (PCDF) — Filter-/Kühler-Methode; Ausführungsbeispiel zur DIN EN 1948 im Konzentrationsbereich $< 0,1 \text{ ng I-TEQ/m}^3$ und Ergänzung für den Konzentrationsbereich $> 0,1 \text{ ng I-TEQ/m}^3$.*

E VDI 3499 Blatt 3:2001-01, *Messen von Emissionen — Messen von polychlorierten Dibenzo-p-dioxinen (PCDD) und Dibenzofuranen (PCDF) — Gekühltes-Absaugrohr-Methode; Ausführungsbeispiel zur DIN EN 1948 im Konzentrationsbereich $< 0,1 \text{ ng I-TEQ/m}^3$ und Ergänzung für den Konzentrationsbereich $> 0,1 \text{ ng I-TEQ/m}^3$.*

CEN/TC 264

Datum: 2003-11

prEN 1948-1

CEN/TC 264

Sekretariat: DIN

Emissionen aus stationären Quellen — Bestimmung der Massenkonzentration von PCDD/PCDF und dioxin-ähnlichen PCB — Teil 1: Probenahme

Émissions de sources fixes — Détermination de la concentration massique en PCDDs/PCDFs et PCBs de type dioxine — Partie 1 : Prélèvement

Stationary source emissions — Determination of the mass concentration of PCDDs/PCDFs and dioxin-like PCBs — Part 1: Sampling

ICS:

Deskriptoren

Inhalt

Seite

Vorwort	3
Einleitung.....	3
1 Anwendungsbereich.....	4
2 Normative Verweisungen.....	4
3 Begriffe	5
4 Symbole und Abkürzungen	6
5 Prinzip des vollständigen PCDD/PCDF-Messverfahrens.....	7
6 Probenahmegeräte und Materialien.....	10
7 Anforderungen für die Probenahme.....	11
8 Sicherheitsmaßnahmen und Transport.....	14
9 Vorbereitung und Probenahme	15
Anhang A (informativ) Toxizität und Toxizitätsäquivalenz	21
Anhang B (informativ) Ausführungsbeispiele.....	24
Anhang C (informativ) Beispiele für Adsorbenzien und ihre Vorbereitung und Reinigung	52
Anhang D (informativ) Probenahmeprotokoll.....	53
Anhang ZA (informativ) Abschnitte in dieser Europäischen Norm, die grundlegende Anforderungen oder andere Vorgaben von EU-Richtlinien betreffen.....	56
Literaturhinweise	57

Vorwort

Dieses Dokument (prEN 1948-1:2003) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 264 „Luftbeschaffenheit“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Diese Europäische Norm wurde unter einem Mandat erarbeitet, das die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelszone dem CEN erteilt haben, und unterstützt grundlegende Anforderungen der EU-Richtlinie 94/67/EC vom 16. Dezember 1994 [1] über die Verbrennung gefährlicher Abfälle und der EU-Richtlinie 2000/76/EC vom 4. Dezember 2000 über die Verbrennung von Abfällen [2].

Zusammenhang mit EU-Richtlinien siehe informativen Anhang ZA, der Bestandteil dieser Norm ist.

Die Präzision und die Verfahrenskenngrößen wurden in vier Vergleichs- und Validierungsversuchsreihen an Müllverbrennungsanlagen bestimmt, die von der Europäischen Kommission, der Europäischen Freihandelszone und dem deutschen Umweltbundesamt finanziell unterstützt wurden.

Diese Europäische Norm EN 1948:2003 besteht aus drei Teilen, die die Bestimmung der Massenkonzentration von PCDD und PCDF in Emissionen aus stationären Quellen behandeln:

Teil 1: Probenahme

Teil 2: Extraktion und Reinigung

Teil 3: Identifizierung und Quantifizierung

Alle drei Teile werden für die Ausführung von Dioxinmessungen benötigt.

Einleitung

Als polychlorierte Dibenzodioxine (PCDD) und polychlorierte Dibenzofurane (PCDF) werden zwei Gruppen verwandter chlorierter aromatischer Ether bezeichnet; sie setzen sich aus insgesamt 210 einzelnen Substanzen (Kongeneren) zusammen: 75 PCDD und 135 PCDF.

PCDD und PCDF können sich bei der Verbrennung organischen Materials bilden; sie treten auch als unerwünschte Nebenprodukte bei der Herstellung oder Weiterverarbeitung chlorierter organischer Chemikalien auf. PCDD/PCDF gelangen über diese Emissionspfade und durch die Anwendung kontaminierter Materialien in die Umwelt. Sie sind in sehr geringen Konzentrationen überall vorhanden. Die 2,3,7,8-chlorsubstituierten Kongeneren sind toxikologisch signifikant. Von wesentlich geringerer toxikologischer Bedeutung als die tetra- bis octachlorierten Dibenzodioxine/Dibenzofurane sind die 74 mono- bis trichlorierten homologen Dibenzodioxine/Dibenzofurane (Toxizitätsäquivalentfaktoren, siehe Anhang A).

Nur qualifiziertes Bedienungspersonal, das im Umgang mit hochtoxischen Verbindungen Erfahrung hat, sollte das in dieser Europäische Norm beschriebene Verfahren anwenden.

1 Anwendungsbereich

Der vorliegende Teil der Norm legt die Probenahme der PCDD/PCDF fest. Er ist wesentlicher Bestandteil des vollständigen Messverfahrens. Die Anwendung der anderen beiden Teile EN 1948-2:2003 und EN 1948-3:2003, die die Extraktion und Reinigung bzw. die Identifizierung und Quantifizierung beschreiben, ist notwendig für die Bestimmung der PCDD und PCDF.

Diese Norm ist für die Messung von PCDD/PCDF-Emissionskonzentrationen von stationären Quellen im Bereich von 0,1 ng I-TEQ/m³ konzipiert.

In dieser Norm werden sowohl die Verfahrensvalidierung als auch ein Rahmen für die Qualitätskontrollanforderungen, die bei jeder PCDD/PCDF-Probenahme erfüllt werden müssen, festgelegt.

Der Nutzer hat die Möglichkeit, zwischen drei unterschiedlichen Verfahren zu wählen:

- Filter/Kühler-Methode
- Verdünnungsmethode
- Gekühltes-Absaugrohr-Methode

Jedes Probenahmeverfahren wird durch einige Probenahmesysteme veranschaulicht, die ausführlich im Anhang B als geprüfte Ausführungsbeispiele beschrieben werden.

Anhand von Vergleichsmessungen an städtischen Müllverbrennungsanlagen bei einer PCDD/PCDF-Emission von 0,1 ng I-TEQ/m³ wurden diese drei Verfahren innerhalb des erwarteten Unsicherheitsbereiches für gleichwertig erachtet.

Die Validierungsmessungen wurden im Abgas von städtischen Müllverbrennungsanlagen im PCDD/PCDF-Emissionsbereich von etwa 0,1 ng I-TEQ/m³ und einer Staubbeladung von 1 mg/m³ bis 15 mg/m³ durchgeführt.

Grundsätzlich ist es nicht möglich, die Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Emissionsmessungen zu beurteilen. Die Internen und Externen Streuungen wurden für den betrachteten Prozess im Anschluss an die Validierungsmessungen berechnet und sind im Abschnitt 14 von EN 1948-3:2003 wiedergegeben. Diese Streuungen geben einen Hinweis auf die bei der Anwendung dieser Norm ermittelten Streuungen und müssen bei der Ergebnisangabe berücksichtigt werden.

Das in den drei Teilen der Norm EN 1948:2003 beschriebene Verfahren legt Anforderungen für die Bestimmung der 17 Kongenere fest, die zur Berechnung des Gesamt-I-TEQ benötigt werden (siehe Tabelle A.1).

2 Normative Verweisungen

Diese Europäische Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Europäischen Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation (einschließlich Änderungen).

EN 1948-2:2003, *Stationary source emissions — Determination of the mass concentration of PCDDs/PCDFs and dioxin-like PCBs — Part 2: Extraction and clean-up of PCDDs/PCDFs.*

EN 1948-3:2003, *Stationary source emissions — Determination of the mass concentration of PCDDs/PCDFs and dioxin-like PCBs — Part 3: Identification and quantification of PCDDs/PCDFs.*

EN 13284-1:2001, *Stationary source emissions — Determination of low range mass concentration of dust — Part 1 Manual gravimetric method.*

ISO/IEC 17025:1999, *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories.*



3 Begriffe

Für die Anwendung dieser Europäischen Norm gelten die in EN 1948-2:2003 und EN 1948-3:2003 angegebenen und die folgenden Begriffe.

3.1

dotieren

Zugabe $^{13}\text{C}_{12}$ -markierter PCDD- und PCDF-Standards

3.2

isokinetische Probenahme

Probenahme, bei der das in die Probenahmesonde einströmende Gas die gleiche Geschwindigkeit und Richtung hat wie das Gas am Probenahmepunkt im Kamin [EN 13284-1:2001]

3.3

betriebliche Verfahrenskenngrößen

Kenngrößen, die den Einfluss der physikalischen und chemischen Eigenschaften der Umgebung und die mit der Wartung verbundenen Probleme, z. B. Netzspannung, Temperatur, Zuführung von gewissen Substanzen, Rüstzeit, Wartungsintervall behandeln (ISO 6879:1995) [3]

3.4

statistische Verfahrenskenngrößen

Kenngrößen, die die möglichen Abweichungen, die sich für die Messwerte aus dem zufälligen Anteil des Messvorgangs ergeben, quantifizieren; statistische Verfahrenskenngrößen sind beispielsweise die Wiederholbarkeit oder die Instabilität (ISO 6879:1995) [3]

3.5

Feldblindwert

Wert, der mit Hilfe einer Blindwertprobe ermittelt wird, die einem festgelegten Verfahren unterworfen wird, um sicherzustellen, dass während des gesamten Messablaufs keine signifikanten Verunreinigungen aufgetreten sind, und um zu überprüfen, ob der Anwender einen Quantifizierungsgrad entsprechend der Messaufgabe erzielen kann

3.6

Extraktionsblindwert

Wert, der mit Hilfe einer Blindwertprobe ermittelt wird, die dem vollständigen analytischen Verfahren unterworfen wird, einschließlich Extraktion, Reinigung, Identifizierung und Quantifizierung, wobei alle relevanten Reagenzien und Materialien enthalten sind

3.7

Probenahmestandard

$^{13}\text{C}_{12}$ -markierte 2,3,7,8-chlorsubstituierte PCDF, die vor der Probenahme hinzugefügt werden

3.8

Extraktionsstandard

$^{13}\text{C}_{12}$ -markierte 2,3,7,8-chlorsubstituierte PCDD/PCDF, die vor der Extraktion hinzugefügt werden. Diese Standards dienen auch zur Berechnung der Ergebnisse

3.9

Wiederfindungsstandard

$^{13}\text{C}_{12}$ -markierte 2,3,7,8-chlorsubstituierte PCDD, die vor der GC-Injektion hinzugefügt werden

3.10

Keeper

Lösemittel mit hohem Siedepunkt, das zu der Extraktionsstandardlösung hinzugefügt wird

3.11

Kongener

jedes der 210 individuellen PCDD/PCDF

3.12**PCDD/PCDF-Isomere**

PCDD oder PCDF mit identischer chemischer Zusammensetzung, aber unterschiedlicher Struktur.

3.13**dioxin-ähnliche PCB**

jedes PCB, das gemäß WHO eine ähnliche Toxizität wie die 2,3,7,8-substituierten PCDD/PCDF aufweist [4]

3.14**Muster**

chromatographischer Ausdruck einer jeden Serie von PCDD/PCDF-Isomeren

3.15**Profil**

graphische Darstellung der Summen der PCDD/PCDF-Isomeren-Konzentrationen

3.16**Abgas-Probenahmevolumen**

ausgedrückt bei Normbedingungen von Temperatur und Druck, bezogen auf trockenes Gas und falls notwendig korrigiert auf die Sauerstoff-Referenzkonzentration

3.17**Normdruck**

101,325 kPa

3.18**Normtemperatur**

273,15 K

3.19**Messreihe****Probenahmekampagne**

mehrere aufeinander folgende Messungen, die am selben Probenahmeort und unter den gleichen Arbeitsprozessbedingungen durchgeführt werden (in dieser Norm wird oft der Begriff Probenahmekampagne verwendet)

4 Symbole und Abkürzungen

I-TEQ

Internationales Toxizitätsequivalent (genaue Beschreibung siehe Tabelle A.1)

I-TEF

Internationaler Toxizitätsäquivalentfaktor (genaue Beschreibung siehe Tabelle A.1)

HRGC

Hochauflösende Gaschromatographie

HRMS

Hochauflösende Massenspektrometrie

TCDD

Tetrachlordibenzo-p-dioxin

PeCDD

Pentachlordibenzo-p-dioxin

HxCDD

Hexachlordibenzo-p-dioxin

HpCDD
Heptachlordibenzo-p-dioxin

OCDD
Octachlordibenzo-p-dioxin

TCDF
Tetrachlordibenzofuran

PeCDF
Pentachlordibenzofuran

HxCDF
Hexachlordibenzofuran

HpCDF
Heptachlordibenzofuran

OCDF
Octachlordibenzofuran

PCDD/PCDF
Polychloriertes Dibenzo-p-dioxin/Dibenzofuran

PCB
Polychloriertes Biphenyl

PTFE
Polytetrafluorethylen

5 Prinzip des vollständigen PCDD/PCDF-Messverfahrens

5.1 Probenahme

5.1.1 Allgemeines

Das Gas wird im Abgaskanal isokinetisch gezogen. Die PCDD/PCDF, die auf den Partikeln adsorbiert sind bzw. sich in der Gasphase befinden, werden in der Probenahmeapparatur gesammelt. Als Sammeleinheit kann ein Filter, ein Kondensatkolben und ein Feststoff- oder Flüssigadsorbens, entsprechend dem ausgewählten Probenahmesystem, dienen. Drei unterschiedliche Probenahmesysteme

- Filter/Kühler-Methode
- Verdünnungsmethode
- Gekühltes-Absaugrohr-Methode

stehen zur Verfügung.

Schematische Darstellungen der Probenahmeverfahren sind in den Bildern 1 bis 3 wiedergegeben.

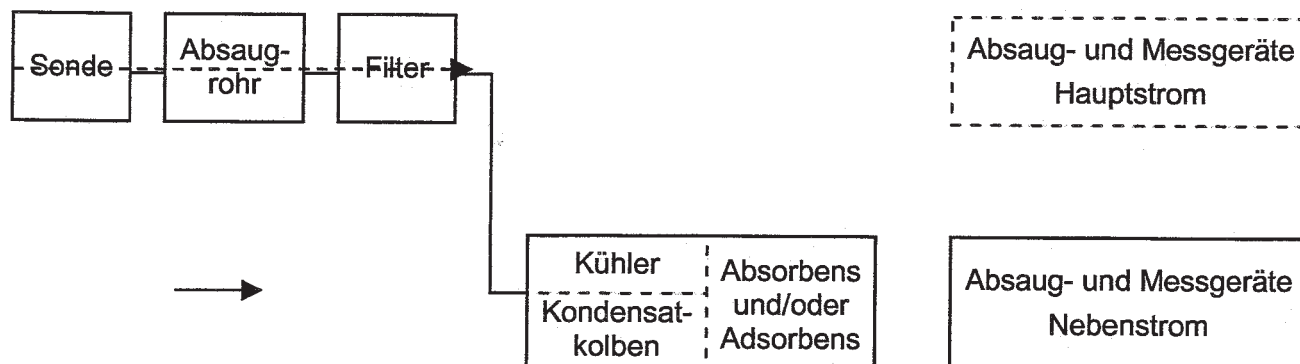
Die Hauptsammeleinheiten werden vor der Probenahme mit $^{13}\text{C}_{12}$ -markierten PCDD/PCDF dotiert, um die Probenahme-Wiederfindungsrate der Kongenere zu bestimmen. Das Probengas wird auf die für das Probenahmesystem spezifische Temperatur gebracht, und die gasförmigen und partikelgebundenen PCDD/PCDF werden abgeschieden.

Die Probenahme muss nach EN 13284-1:2001 vorgenommen werden. Ausnahmen müssen mit der entsprechenden Rechtfertigung angegeben werden.

Die einzuhaltenden Anforderungen für das Probenahmeverfahren werden in der vorliegenden Norm beschrieben. Ausführungsbeispiele sind in Anhang B aufgeführt. Die beschriebenen Systeme halten die in Abschnitt 7 aufgeführten Anforderungen ein, unterscheiden sich jedoch in der Vorgehensweise.

5.1.2 Filter/Kühler-Methode

Das Prinzip des Verfahrens ist in Bild 1 wiedergegeben. Unterschiedliche Varianten dieses Systems stehen zur Wahl (siehe Bilder B.1, B.2 und B.5).



Mit:

— Option

Bild 1 — Schematische Darstellung der Filter/Kühler-Methode

Der Filter wird hinter der Sonde (im Abgaskanal) oder hinter dem Absaugrohr (außerhalb des Abgaskanals) angebracht. Die Temperatur des Filters ist unter 125 °C, aber oberhalb der Wassertaupunkttemperatur zu halten. Im Falle hoher Staubbelastungen kann ein Quarzwattfilter oder ein Zyklon vorgeschaltet werden, so dass der Filter nicht überbelastet wird. Nach dem Filter wird das Probengas in einem Kühler gekühlt (siehe Abschnitt 7.1c). Die gasförmigen und aerosolförmigen Anteile der PCDD/PCDF werden in den Impingern und/oder auf den Feststoffadsorbieren abgeschieden.

In einer Variante dieses Probenahmesystems kann eine Feststoffadsorbereinheit zwischen Kühler und Kondensatorkolben geschaltet werden (siehe Bild B.5).

Das System mit Stromteilung unterscheidet sich in der Weise, dass sich nach dem Filter ein Strömungsteiler befindet. Der Hauptstrom, mit einem hohen Volumendurchfluss zur einfacheren Einstellung der isokinetischen Bedingungen, passiert den Filter. Der Nebenstrom - nach der Stromteilung - ist identisch mit der oben beschriebenen Apparatur mit Kühler und Adsorbereinheit (siehe Bild B.2).

5.1.3 Verdünnungsmethode

Das Prinzip des Verfahrens ist in Bild 2 wiedergegeben. Detailunterschiede in diesem System sind möglich (siehe Bilder B.6 und B.8).

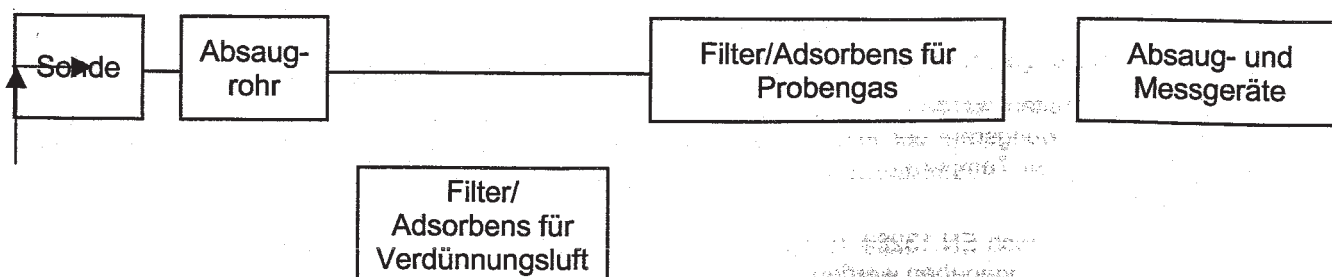


Bild 2 — Schematische Darstellung der Verdünnungsmethode

Das Probengas wird durch ein geheiztes Absaugrohr gezogen. Das Abgas wird in einem Mischrohr sehr schnell gekühlt, indem getrocknete, filtrierte und wenn nötig gekühlte Luft beigemischt wird (siehe Abschnitt 7.1c). Die Verdünnung verhindert, dass die relative Feuchte des Probengases auf 100 % steigt.

Nach dem Verdünnungsschritt wird ein Filter verwendet, um die partikelgebundenen PCDD/PCDF, die sich in dem verdünnten Abgasstrom befinden, zu sammeln. Zur Abscheidung der gasförmigen PCDD/PCDF wird ein Feststoffadsorbens nachgeschaltet.

5.1.4 Gekühltes-Absaugrohr-Methode

Das Prinzip des Verfahrens ist in Bild 3 wiedergegeben.

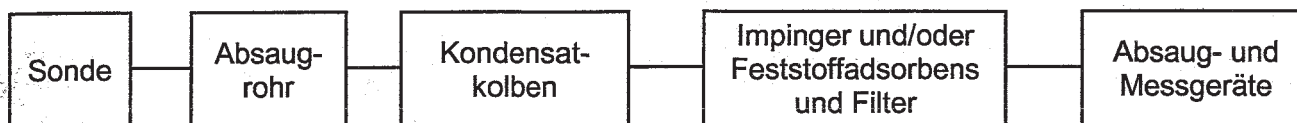


Bild 3 — Schematische Darstellung der Gekühltes-Absaugrohr-Methode

Es existieren unterschiedliche Systeme dieser Variante (siehe Bilder B.9 und B.11). Das Probengas durchströmt die Sonde und das wassergekühlte Absaugrohr, in dem es gekühlt wird (siehe Abschnitt 7.1c).

Das Kondensat wird in einem Kondensatkolben gesammelt. Dahinter sind Impinger und/oder Feststoffadsorbereinheiten geschaltet, um die gasförmigen PCDD/PCDF zu sammeln. Vor dem letzten Impinger oder Feststoffadsorbens befindet sich ein Filter, um kleine Partikel abzuscheiden und Aerosole zu brechen.

5.2 Extraktion und Reinigung

Die Extraktion ist notwendig, um die PCDD/PCDF aus dem Probengut zu isolieren und in einem geeigneten Lösungsvolumen zu sammeln. Die Extraktionsverfahren basieren üblicherweise auf der Extraktion der Filter und der Adsorbentien nach Soxhlet und der Flüssigextraktion der Kondensate. Die Probenreinigung wird üblicherweise mit Hilfe von Mehrsäulenchromatographietechniken durchgeführt, wobei verschiedene Adsorbentien benutzt werden. Der Hauptgrund für die Reinigung der Rohextrakte ist die Entfernung der Probenmatrixkomponenten, die das Trennverfahren überlasten, die Quantifizierung stören oder anderweitig die Leistung des Identifizierungs- und Quantifizierungsverfahrens nachhaltig beeinflussen können. Weiterhin ergibt sich daraus, dass die zu analysierenden Komponenten in dem Probenendextrakt angereichert werden. Im Prinzip kann jedes Reinigungsverfahren angewandt werden, mit der die zu analysierenden Verbindungen in ausreichenden Mengen wiedergefunden werden. Darüber hinaus sollte der Probenendextrakt die Leistung des analytischen Systems oder des Quantifizierungsschrittes nicht nachteilig beeinflussen. Die Verfahren sind gründlich zu prüfen und müssen, bevor sie angewandt werden, eine Reihe von Verfahrensvalidierungskriterien erfüllen. Zusätzlich muss die Überprüfung der Verfahrensleistung für jede einzelne Probe Teil des validierten Qualitätssicherungsprotokolls sein.

In EN 1948-2:2003 sind die für die Extraktion und Reinigung einzuhaltenden Anforderungen sowie Ausführungsbeispiele beschrieben. Ausführungsbeispiele sind in EN 1948-2:2003 Anhang A aufgeführt.

5.3 Identifizierung und Quantifizierung

Diese Norm legt die Verwendung der hochauflösenden Gaschromatographie/hochauflösenden Massenspektrometrie (HRGC/HRMS) zur Trennung und zum Nachweis in Kombination mit dem Isotopenverdünnungsverfahren der Proben bei unterschiedlichen Stufen zur Quantifizierung der PCDD/PCDF in Emissionsproben zugrunde. Zur Zeit ist diese Technik die einzige analytische Technik, die ausreichende Empfindlichkeit, Selektivität und Spezifität zur Bestimmung sehr kleiner PCDD/PCDF-Mengen in Emissionsproben sicherstellt. Die gaschromatographischen Parameter ermöglichen die Identifizierung der Isomeren (Position der Chlorsubstituenten) innerhalb der Kongenerengruppen, wohingegen die massenspektrometrischen Parameter die Differenzierung zwischen den homologen Gruppen (Anzahl der Chlorsubstituenten) und den Komponentenklassen (Dibenzodioxine und Furane) erlauben.

In EN 1948-3:2003 sind die für die Identifizierung und Quantifizierung einzuhaltenden Anforderungen sowie Ausführungsbeispiele beschrieben. Ausführungsbeispiele sind in EN 1948-3:2003, Anhang A aufgeführt.

6 Probenahmegeräte und Materialien

6.1 Allgemeine Probenahmegeräte

Anhang B enthält ausführliche Beschreibungen von erprobten Probenahmegeräten für die drei Probenahmeverfahren und deren Varianten.

Probenahmeeinrichtung

alle Teile der Einrichtung, die in Kontakt mit dem Abgas gelangen; Sonde, Absaugrohr, Glasrohre, Filterhalter, Filtergehäuse, Kühler, Gaswaschflaschen, Feststoffadsorberkartusche usw.

Pitot-Rohr mit Differenzdruckanzeiger (alternativ ein Mikromanometer)

zur Messung des statischen und dynamischen Druckes im Abgaskanal (zur Berechnung der Gasfluggeschwindigkeit)

Feuchte-Messeinrichtung

zur Bestimmung der Feuchte im Abgas; Fehlergrenze $\pm 1\%$ (Volumenanteil), absolut

Mikromanometer

zur Bestimmung des Unterdruckes im Abgaskanal

Sauerstoff-Messsystem

zur Bestimmung des Sauerstoffgehaltes; Fehlergrenze $\pm 0,5\%$ (Volumenanteil), absolut

ANMERKUNG Falls die Sauerstoffkonzentration 19 % überschreitet, ist die Unsicherheit des Sauerstoff-bezogenen Messergebnisses größer als in EN 1948-3:2003, Abschnitt 14 Verfahrenskenngrößen angegeben.

Spritze

zur Zugabe der Lösung mit $^{13}\text{C}_{12}$ -markierten Standards (Probenahmestandards)

Barometer

$\pm 1\text{ kPa}$, absolut

Volumenmessgerät

zur Bestimmung des Probengasvolumens; Fehlergrenze $\pm 5\%$ vom Messwert

Strömungsmessgerät

zur Messung des Volumenstroms, um die isokinetischen Bedingungen aufrechtzuerhalten

6.2 Materialien

Zur genauen Beschreibung der Adsorber und Filter sowie deren Reinigung siehe Anhang C und EN 1948-2:2003, Anhang A.

Probenahmeeinrichtung

alle Teile der Probenahmeeinrichtung, die in Kontakt mit dem Abgas gelangen einschließlich der letzten Adsorberstufe, müssen aus Glas, Quarz oder Titan hergestellt sein.

Dichtungen (in Kontakt mit dem Abgas)

hergestellt aus PTFE

Filter

Quarz- oder Glasfaser, die die Anforderungen einhalten (siehe Abschnitt 7)

Quarzwatte (falls eingesetzt)

kann als Vorfilter bei hohen Staubkonzentrationen eingesetzt werden.

Feststoffadsorbens

XAD-2, Polyurethan-Schaum (PU-Schaum) oder andere Adsorbentien (z.B. Poropak PS), die die Anforderungen (siehe Abschnitt 7) erfüllen. Beispiele zur Materialausführung siehe EN 1948-2:2003, Anhang A.

Kühlflüssigkeit

zur Kühlung des Kühlers oder des gekühlten Absaugrohres

Eisbad (falls eingesetzt)

zur Kühlung der Impinger und Kondensatkolben

Kieselgel

für den Trockenturm

Aceton

Methanol

Toluen

Dichlormethan

2-Methoxyethanol, 2-Ethoxyethanol oder Diethylenglycol

Destilliertes Wasser

Die Reagenzien müssen von hoher Reinheit sein, um die Kriterien einer geringen PCDD/PCDF-Hintergrundkonzentration zu erfüllen.

6.3 Reinigung der Probenahmegeräte

Im Anhang B dieser Norm und in EN 1948-2:2003, Anhang A werden mehrere Verfahren zur Reinigung der Probenahmegeräte beschrieben, die in Kontakt mit dem Abgas kommen werden oder gekommen sind.

Drei Verfahren zur Reinigung der Probenahmegeräte werden zur Information vorgeschlagen:

- 1) Reinigung der Probenahmegeräte im Labor. Üblicherweise wird mit Wasser und Reinigungsmittel gespült, anschließend wird mit Lösemittel gespült und/oder im Muffelofen für mehrere Stunden möglichst bei 400 °C – 450 °C ausgeheizt (Titan nicht höher als 380 °C), um alle organischen Spuren zu entfernen.
- 2) Vor der Probenahme wird mit Lösemittel gespült (dies kann entweder im Labor erfolgen, falls die Teile sorgfältig in Aluminiumfolie verpackt werden, oder vor Ort beim Aufbauen der Probenahmeapparatur).
- 3) Nach der Probenahme werden die Probenahmegeräte, die in Kontakt mit dem Abgas kamen, mit Lösemittel gespült. Diese Spüllösung ist ein wichtiger Bestandteil der Probe

Das Spülen mit Lösemittel beinhaltet normalerweise zwei verschiedene Lösemittel, wobei eines wasser-mischbar ist (z.B. Aceton und Methanol). Beim Spülen von kondensationsfeuchten Geräten ist es sehr wichtig, zuerst das wassermischbare Lösemittel zu verwenden, um das Wasser zu entfernen.

7 Anforderungen für die Probenahme

7.1 Verfahrensvalidierung

- a) Abscheidegrad der Planfilter größer 99,5 % für ein Prüfaerosol mit einem mittleren Durchmesser von 0,3 µm oder 99,9 % bei einem Prüfaerosol mit 0,6 µm mittleren Durchmessers beim vorgesehenen Volumenstrom. Der Abscheidegrad muss vom Filterhersteller zertifiziert werden [EN 13284-1:2001].

Der Filter ist im Falle der Filter/Kühler-Methode und der Verdünnungsmethode der Probenahmeapparatur vorgeschaltet oder bei der Gekühltes-Absaugrohr-Methode vor der letzten Adsorptionsstufe angeordnet.

- b) Eine Adsorptionsstufe, z. B. Feststoffadsorbentien oder Impinger zur Sammlung gasförmiger PCDD/PCDF, ist Bestandteil der Probenahmeapparatur. Eine Mindest-Ab-/Adsorptionseffektivität von 90 % für die gasförmigen PCDD/PCDF (d. h. filtergängige PCDD/PCDF) für dieses Ab-/Adsorbens muss in einer separaten Prüfung festgestellt werden.
- c) Eine Validierungsmessung muss mindestens einmal mit den jeweiligen Probenahmegeräten durchgeführt werden. In dieser Validierungsmessung muss die letzte Ab-/Adsorptionsstufe in doppelter Ausführung vorhanden sein.
 - Ein ausreichendes Probenahmenvolumen muss in der Validierungsmessung gesammelt werden, so dass die Nachweisgrenze weniger als 5 % der gesamten gesammelten Menge beträgt (ausgedrückt in I-TEQ).
 - Die ursprüngliche Probenahmeapparatur und die zusätzliche Ab-/Adsorptionsstufe müssen getrennt analysiert werden. Mehr als 90 % des Gesamt-I-TEQ muss sich in der ursprünglichen Probenahmeapparatur befinden.
 - Die während der Verfahrensvalidierung herrschende mittlere Adsorbenttemperatur sollte während der Probenahmekampagne nicht ohne eine weitere Validierung bei der höheren Temperatur überschritten werden.

7.2 Anforderungen für die Probenahme

- a) Ein Feldblindwert ist vor jeder Probenahmekampagne zu bestimmen (Details siehe Abschnitt 7.3).
- b) Die zulässigen Nachweisgrenzen (LOD) mit einem Signal-Rausch-Verhältnis wie in EN 1948-3:2003, Abschnitt 8.3 definiert, müssen für das einzelne Kongener *i* wie folgt sein:

$$\text{LOD}_i \leq \frac{0,5}{\text{I-TEF}_i} \quad \text{in pg/m}^3 \quad (1)$$

Dabei ist:

LOD Nachweisgrenze

I-TEF Internationaler Toxizitätsäquivalentfaktor

ANMERKUNG 1 Um die Nachweisgrenze der analytischen Laboratorien zu erreichen, wird ein minimales Abgas-Probenahmenvolumen von mindestens 4 m³ empfohlen.

ANMERKUNG 2 Nach der Richtlinie 2000/76/EC des Europäischen Parlaments und des Rates über die Verbrennung von Abfällen [2] beträgt die minimale Probenahmedauer 6 h, die maximale Probenahmedauer 8 h. Die Validierung dieser Norm wurde für eine Probenahmedauer von 6 h durchgeführt.

- c) Die Probenahmeapparatur wird wie folgt mit ¹³C₁₂-markierten PCDD/PCDF dotiert:

Verfahren

Filter/Kühler-Methode

Verdünnungs-Methode

Gekühlte-Absaugrohr-Methode

Dotierter Bestandteil der Apparatur

Filter und/oder Adsorbens

Filter

Kondensatkolben

- d) Die ¹³C₁₂-markierten Standards werden nach Tabelle 1 eingesetzt:

Tabelle 1 — Massen der zuzugebenden markierten Standards

Hinzugefügte Kongenere:	Hinzugefügte Gesamtmenge in pg: (Lösung: Gesamtvolumen 100 µl: (Toluen, 4 % Tetradecan))
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-PeCDF	400
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-HxCDF	400
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	800

Die Massen der zugegebenen markierten Standards betragen jeweils 400 pg für PeCDF und HxCDF und 800 pg für HpCDF, jeweils bezogen auf 10 m³ Abgas-Probenahmenvolumen (trocken) um eine Konzentration von 0,1 ng I-TEQ/m³ zu messen. Das Volumen der Probenahmestandardlösung muss mindestens 100 µl betragen. Falls in der Probe eine beträchtlich höhere oder geringere Masse an nativen PCDD/PCDF erwartet wird, so sollte die Masse der hinzuzufügenden $^{13}\text{C}_{12}$ -markierten Standards entsprechend angepasst werden.

- e) Die Probenahmestandardlösung enthält 4 % Tetradecan als Keeper.
- f) Falls während der Probenahme der Tausch eines dotierten Teiles notwendig ist, ist das neue Teil mit der gleichen Probenahmestandardlösung zu dotieren. Dies muss bei der Berechnung der Wiederfindung der Probenahmestandards beachtet werden.
- g) Eine Dichtheitsprüfung ist vor und nach jeder Probenahme durchzuführen. Die an der Sonde verschlossene Probenahmeapparatur wird auf den niedrigsten Druck evakuiert, der sich während der Probenahme einstellt. Der Volumenstrom muss kleiner als 5 % des üblichen Volumenstroms sein.
- h) Die isokinetische Probenahme muss nach EN 13284-1:2001 durchgeführt werden.
- i) Die Probenahme ist an repräsentativen Punkten im Abgaskanal nach EN 13284-1:2001 durchzuführen.
- j) Der Probenahmenvolumenstrom muss in einem Bereich liegen, für den das Verfahren validiert ist.
- k) Die Wiederfindungsrate eines jeden zugesetzten Probenahmestandards muss größer als 50 % sein, berechnet auf Basis des relevanten Extraktionsstandards (siehe EN 1948-3:2003).

7.3 Anforderungen an den Feldblindwert

Der Feldblindwert wird bestimmt, indem das gesamte, in dieser Norm beschriebene Messverfahren durchlaufen wird, ohne jedoch Luft durch die Probenahmeapparatur zu saugen.

Die Bestimmung des Feldblindwertes muss mindestens vor jeder Messreihe durchgeführt werden.

Falls Teile der Probenahmeapparatur vor der Wiederverwendung vor Ort gereinigt werden, muss eine Spüllösung aller mit der Probe in Berührung gekommenen Oberflächen vorgenommen und die Spüllösung aufbewahrt werden. Die Spüllösung muss analysiert werden, wenn die gemessene Konzentration den Grenzwert überschreitet.

Falls mehrere Messungen zur gleichen Zeit und nach dem gleichen Verfahren und während des gleichen industriellen Prozesses oder an mehreren Abgaslinien des gleichen industriellen Prozesses durchgeführt werden, dann muss nur ein einzelner Feldblindwert bestimmt werden.

Der Feldblindwert darf nicht vom Messwert abgezogen werden.

Der Feldblindwert darf 10 % des Grenzwertes (in I-TEQ) nicht überschreiten, wobei das gleiche Volumen wie bei der Probenahme anzusetzen ist. Falls der ermittelte Messwert geringer ist als der vorangegangene Feldblindwert, so ist das anzugebende Ergebnis als kleiner oder gleich dem Blindwert definiert.

ANMERKUNG Im Fall der Überwachung von Dioxinemissionen, die signifikant kleiner als $0,1 \text{ ng I-TEQ/m}^3$ sind, darf der Feldblindwert im Bereich der gemessenen Konzentrationen liegen.

Alle Feldblindwerte müssen mit den entsprechenden Messwerten angegeben werden.

7.4 Zusätzliche Anforderungen an die Probenahme für die Filter/Kühler-Methode

Schematische Darstellung siehe Bild 1

- a) Der Filter ist innerhalb oder außerhalb des Abgaskanals unter 125°C zu betreiben. Die Probengastemperatur am Filterhalter muss aber oberhalb des Taupunktes liegen.
- b) Impinger oder Feststoffadsorber werden als Ab-/Adsorbentien benutzt.
- c) Falls die Variante mit Stromteilung gewählt wird, ist das Verhältnis von Haupt- und Nebenstrom konstant zu halten ($\pm 10\%$).

7.5 Zusätzliche Anforderungen an die Probenahme für die Verdünnungsmethode

Schematische Darstellung siehe Bild 2

- a) Kondensation auf dem Filter muss vermieden werden.
- b) Eine Feststoffadsorberstufe befindet sich hinter dem Filter.
- c) Die Probenahmegeräte müssen in der Verdünnungsluft eine Kontrolladsorptionsstufe (d. h. einen Filter und Adsorbens) enthalten, die nach jeder Messung ersetzt und gelagert werden muss. Sie muss analysiert werden, wenn der Messwert den Grenzwert übersteigt. In allen anderen Fällen kann sie verworfen werden.
- d) Bei der Bestimmung des Feldblindwertes muss die Kontrolladsorptionsstufe für die Verdünnungsluft einbezogen werden.

7.6 Zusätzliche Anforderungen an die Probenahme für die Gekühltes-Absaugrohr-Methode

Schematische Darstellung siehe Bild 3

- a) Der Filter befindet sich vor der letzten Ab-/Adsorptionsstufe.

8 Sicherheitsmaßnahmen und Transport

Alle relevanten nationalen Sicherheitsvorschriften sollten beachtet werden. Die 2,3,7,8-chlorsubstituierten PCDD/PCDF gehören zu den toxischsten Chemikalien. Außerdem können Personen bei Arbeiten vor Ort einer Reihe von Gefährdungen ausgesetzt sein, wie z. B. Lösemitteln, heißen schadstoffenthaltenden/erstickenden Abgasen oder Arbeiten in großer Höhe. Geeignete Maßnahmen müssen zur Minimierung solcher Gefährdungen ergriffen werden. Äußerste Sorgfalt ist beim Transport der Proben zur Vermeidung von Bruchschäden geboten, um sowohl eine Kontaminierung zu verhindern als auch Probenverluste zu vermeiden.

9 Vorbereitung und Probenahme

9.1 Vorbereitungen am Probenahmeort

9.1.1 Auswahl des geeigneten Probenahmeortes

Der Probenahmeort sollte so ausgewählt werden, dass er die in EN 13284-1:2001 angegebenen Anforderungen erfüllt.

Die Dimensionen des Abgaskanals müssen vor der Probenahme entweder durch Messung nach EN 13284-1:2001 oder, falls der Zutritt zu dem Abgaskanal nicht gegeben ist, anhand von Plänen der Anlage bestimmt werden. Dies erlaubt, die geforderte Anzahl an Probenahmepunkten festzulegen (siehe EN 13284-1:2001) und daraus folgend kann die Anzahl und Richtung der Messachsen bestimmt werden. Anhand dieser Daten können die Positionen der benötigten Messöffnungen festgelegt (siehe EN 13284-1:2001) und die Messöffnungen, falls nicht schon vorhanden, angebracht werden.

Die Messöffnungen sollten so positioniert sein, dass sie mit der zur Verfügung stehenden Ausrüstung alle geforderten Probenahmepositionen innerhalb des Abgaskanals sicherstellen. Die Ausführung des Anschlusses sollte auch eine einfache Bewegung der Probenahmeapparatur entlang der Messachse erlauben.

Die Arbeitsplattform sollte so beschaffen sein, dass sie eine zu verwendende Probenahmeapparatur ohne flexible Verbindungen zwischen dem Absaugrohr und den probensammelnden Gerätschaften ermöglicht. Das mag nicht immer möglich sein, aber falls die Anforderungen nicht zu erfüllen sind, sollte dies in dem Probenahmebericht festgehalten werden. Falls eine geeignete festinstallierte Plattform nicht vorhanden ist, sollte das Gerüst die Anforderungen der EN 13284-1:2001 erfüllen.

9.2 Vorbereitungen im Laboratorium

9.2.1 Vorbereitung der Ausrüstung

Die folgenden Messgeräte müssen valide kalibriert sein und korrekt funktionieren:

- a) Gasuhren
- b) Geschwindigkeitsmessgeräte (z. B. Blenden)
- c) Pitot-Rohre
- d) Temperaturmessausrüstung (z. B. Thermoelemente)
- e) Waagen
- f) Sonden
- g) Druckmesseinrichtungen (z. B. Manometer)

Die Funktion der Pumpen, der Flusskontrollventile und der Manometer sind ebenfalls zu prüfen.

9.2.2 Vorbereitungen von Teilen der Probenahmeapparatur, die mit der Probe in Berührung kommen

Beispiele geprüfter Adsorbenzienreinigungsverfahren sind in Anhang C und in EN 1948-2:2003, Anhang A aufgeführt. Die Reinheit der Reagenzien sollte chargenweise geprüft werden.

Die Reinheit der Glasgeräte muss geprüft und jegliche sichtbare Kontamination entfernt werden. Eine weitere Reinigung ist vorzunehmen, um die erforderlichen Reinheitsgrade sicherzustellen.