E DIN ISO 16000-33:2023-07 (D/E)

Erscheinungsdatum: 2023-06-09

Innenraumluchtverunreinigungen - Teil 33: Bestimmung von Phthalaten mit Gaschromatographie/Massenspektrometrie (GC/MS) (ISO/DIS 16000-33:2023); Text Deutsch und Englisch

Indoor air - Part 33: Determination of phthalates with gas chromatography/mass spectrometry (GC/MS) (ISO/DIS 16000-33:2023); Text in German and English

Inhalt	Seite
Nationales Vorwort	5
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise	6
Vorwort	9
Einleitung	10
1 Anwendungsbereich.....	11
2 Normative Verweisungen	11
3 Begriffe	11
4 Probenahmeverfahren und analytische Geräte	12
4.1 Allgemeines.....	12
4.2 Probenahme durch Adsorption mit anschließender Thermodesorption	12
4.2.1 Geräte, Betriebsmittel und Chemikalien	12
4.2.2 Vorbereitung der Thermodesorptionsröhrchen	13
4.2.3 Probenahme.....	14
4.3 Probenahme durch Adsorption mit anschließender Lösemittlextraktion	14
4.3.1 Geräte, Betriebsmittel und Chemikalien	14
4.3.2 Vorbereitung des Florisil ^{®2} und der Adsorptionsröhrchen.....	15
4.3.3 Hinweise zur Verwendung von Florisil ^{®2}	16
4.3.4 Probenahme.....	16
4.3.5 Probenaufbereitung	17
5 Kalibrierung.....	18
5.1 Allgemeines.....	18
5.2 Kalibrierung des Thermodesorptionsverfahrens	18
5.3 Kalibrierung des Lösemittlextraktionsverfahrens	19
6 Identifizierung und Quantifizierung	19
6.1 Massenspektrometrische Analyse	19
7 Aufstellung der Kalibrierkurven und Berechnung der Analytmasse.....	24
7.1 Aufstellung der Kalibrierkurven.....	24
7.2 Berechnung der Analytmasse.....	24
8 Berechnung der Innenraumluftkonzentrationen.....	26
9 Verfahrenskenngrößen.....	26
9.1 Nachweisgrenze	26
9.2 Bestimmungsgrenze und Blindwertproblematik.....	26
9.3 Vergleichsstandardabweichung und Wiederholstandardabweichung	27
10 Qualitätssicherung.....	29
10.1 Überprüfung des Verfahrens und Blindwertbestimmung	29
10.1.1 Feldblindwert der Innenraumluft	29

10.1.2	Analytischer Laborblindwert.....	29
10.2	Maßnahmen zur Minimierung des Blindwerts.....	30
10.3	Dokumentation.....	30
11	Störungen.....	30
Anhang A (informativ) Allgemeine Informationen zu Phthalaten.....		31
A.1	Eigenschaften und Vorkommen.....	31
A.2	Freisetzung und Umweltverhalten.....	33
A.3	Gesetzliche Regelungen.....	34
Anhang B (informativ) Probenahme durch Adsorption mit ODS-Festphasenscheibe oder SDB- Copolymer-Kartusche.....		35
B.1	Geräte, Betriebsmittel und Chemikalien.....	35
B.2	Probenahme.....	37
B.3	Vorbereitung der Testlösung.....	38
B.4	Blindwerttest.....	38
B.5	Wiederfindungstest.....	38
B.6	Vergleichsmessungen.....	39
Anhang C (informativ) Lösemittel-Wischproben als Phthalat-Screeningverfahren.....		41
C.1	Messstrategie.....	41
C.2	Auswahl der zu beprobenden Fläche.....	42
C.3	Probenahme und Aufbereitung der Lösemittel-Wischproben.....	42
C.3.1	Probenahme.....	42
C.3.2	Extraktion und Analyse (Ausführungsbeispiel).....	43
C.4	Berechnung des Ergebnisses.....	43
Anhang D (informativ) Screening-Verfahren für Phthalate in Hausstaubproben.....		44
D.1	Definition und Charakterisierung von Hausstaub.....	44
D.2	Messstrategie.....	45
D.3	Geräte, Betriebsmittel und Chemikalien zur Probenahme und Analyse.....	45
D.4	Vorbereitung des Raums zur Probenahme.....	45
D.5	Probenahme.....	46
D.6	Geräteblindwert bei der Hausstaubprobenahme.....	46
D.7	Probenaufbereitung.....	46
D.8	Angabe der Ergebnisse.....	47
Anhang E (informativ) Ausführungsbeispiel für die Kalibrierung des Thermodesorptionsverfahren.....		48
E.1	Lösung der internen Standards.....	48
E.2	Stammlösungen.....	48
E.2.1	Stammlösungen I der Phthalate.....	48
E.2.2	Stammlösung II der Phthalate.....	48
E.3	Kalibrierlösungen.....	48
Anhang F (informativ) Ausführungsbeispiel für die Kalibrierung des Lösemittlextraktionsverfahrens mit Florisil®.....		50
F.1	Lösung des internen Standards.....	50
F.2	Stammlösungen.....	50
F.2.1	Stammlösungen I der Phthalate.....	50
F.2.2	Stammlösungen II der Phthalate.....	50
F.3	Kalibrierlösungen.....	50
Anhang G (informativ) Ausführungsbeispiel für die Gaschromatographie nach thermischer Desorption.....		52
Anhang H (informativ) Ausführungsbeispiel für die Gaschromatographie nach Lösemittlextraktion.....		53
Anhang I (informativ) Blindwertbedingte Schwierigkeiten.....		54
I.1	Ausführungsbeispiel für das Tenax® TA-Verfahren.....	54
I.2	Ausführungsbeispiel für das Florisil®-Verfahren.....	54
Anhang J (informativ) Beispiel für ein Probenahmeprotokoll.....		55

Literaturhinweise	56
Tabellen	
Tabelle 1 — Arbeitsbereich zur Bestimmung von Phthalaten mit Gehalten von 0,05 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ bis 10 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ in einer Luftprobe	17
Tabelle 2 — Bestimmbare Phthalate in den verschiedenen Medien	18
Tabelle 4 — Werte der <i>t</i>-Verteilung	25
Tabelle 5 — Beispiele für mittlere Laborblindwerte und Hintergrundwerte (Außenluft) bei der Probenahme von Innenraumluft mit Tenax[®] TA¹ - Röhrchen	27
Tabelle 6 — Ergebnisse der Ringversuchsauswertungen mit dem jeweiligen Sollwert, Mittelwert, der relativen Standardabweichung und dem Median	28
Tabelle 7 — Ergebnisse eines Ringversuchs zur Phthalatanalytik einer Lösung (n = 28).....	29
Tabelle A.1 — Die wichtigsten Phthalate und ausgewählte physikalische Eigenschaften.....	32
Tabelle A.2 — Phthalatgehalte in Innenraumluftproben in $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (n = 34); analytische Bestimmungsgrenze LOQ jeweils 0,01 $\mu\text{g}/\text{m}^3$; LOQ für DEHP 0,06 $\mu\text{g}/\text{m}^3$.....	33
Tabelle B.1 — Blindwerte von Phthalaten in einzelnen Adsorbenzien (n = 3; ng $\pm$ s.d.).....	38
Tabelle B.2 — Wiederfindung der deuterierten Phthalate (n = 3; ng $\pm$ s.d.)	39
Tabelle B.3 — Wiederfindung, Wiederholbarkeit und Reproduzierbarkeit der Methode, berechnet mit 2 Adsorbenzien dotiert mit DBP und DEHP (n=5)	40
Tabelle C.1 — Phthalatgehalte in $\mu\text{g}/\text{m}^2$ in Lösemittel-Wischproben einer Fensterscheibe (450 cm^2) bei nicht-anlassbezogener Messung.....	42
Tabelle D.1 — Konzentration der Phthalate in ungesiebten Staubproben in mg/kg	47
Tabelle D.2 — Ergebnisse eines Ringversuchs zur Phthalatanalyse einer undotierten $\leq 63 \mu\text{m}$ Staubmischprobe.....	47
Tabelle E.1 — Schema zum Ansetzen der Kalibrierlösungen für die Thermodesorption.....	49
Tabelle F.1 — Schema zum Ansetzen der Kalibrierlösungen für das Lösemittelextraktionsverfahren.....	51