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

Erscheinungsdatum: 2023-06-09

Innenraumluftverunreinigungen - 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 Lösemittelextraktion 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 Lösemittelextraktionsverfahrens 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 Lösemittelextraktionsverfahrens 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 Lösemittelextraktion 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 µg/m³ bis 10 µg/m³ in einer Luftprobe **17**

Tabelle 2 — Bestimmbare Phthalate in den verschiedenen Medien **18**

Tabelle 4 — Werte der *t*-Verteilung **25**

Tabelle 5 — Beispiele für mittlere Laborblindwerte und Hintergrundwerte (Außenluft) bei der Probenahme von Innenraumluft mit Tenax® TA[1] - 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 µg/m³ (n = 34); analytische Bestimmungsgrenze LOQ jeweils 0,01 µg/m³; LOQ für DEHP 0,06 µg/m³ **33**

Tabelle B.1 — Blindwerte von Phthalaten in einzelnen Adsorbenzien (n = 3; ng ± s.d.) **38**

Tabelle B.2 — Wiederfindung der deuterierten Phthalate (n = 3; ng ± 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 µg/m² in Lösemittel-Wischproben einer Fensterscheibe (450 cm²) 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 ≤ 63 µm 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**