DIN ISO 16000-33:2025-06 (D)

Innenraumluftverunreinigungen - Teil 33: Bestimmung von Phthalaten mit Gaschromatographie/Massenspektrometrie (GC/MS) (ISO 16000-33:2024)

Inhalt

Seite

Nationales Vorwort . . . 5
Nationaler Anhang NA (informativ) **Literaturhinweise** . . . 6
Vorwort . . . 7
Einleitung . . . 8
1 Anwendungsbereich . . . 9
2 Normative Verweisungen . . . 9
3 Begriffe . . . 9
4 Abkürzungen . . . 9
5 Probenahmeverfahren und analytische Geräte . . . 11
5.1 Allgemeines . . . 11
5.2 Probenahme durch Adsorption mit anschließender Thermodesorption . . . 11
5.2.1 Geräte, Betriebsmittel und Chemikalien . . . 11
5.2.2 Vorbereitung der Thermodesorptionsröhrchen . . . 12
5.2.3 Probenahme . . . 12
5.3 Probenahme durch Adsorption mit anschließender Lösemittelextraktion . . . 13
5.3.1 Geräte, Betriebsmittel und Chemikalien . . . 13
5.3.2 Vorbereitung des Florisil® und der Adsorptionsröhrchen . . . 14
5.3.3 Hinweise zur Verwendung von Florisil® . . . 15
5.3.4 Probenahme . . . 15
5.3.5 Probenaufbereitung . . . 16
6 Kalibrierung . . . 16
6.1 Allgemeines . . . 16
6.2 Kalibrierung des Thermodesorptionsverfahrens . . . 17
6.3 Kalibrierung des Lösemittelextraktionsverfahrens . . . 17
7 Identifizierung und Quantifizierung . . . 17
7.1 Massenspektrometrische Analyse . . . 17
8 Aufstellung der Kalibrierkurven und Berechnung der Analytmasse . . . 23
8.1 Aufstellung der Kalibrierkurven . . . 23
8.2 Berechnung der Analytmasse . . . 23
9 Berechnung der Innenraumluftkonzentrationen . . . 24
10 Verfahrenskenngrößen . . . 25
10.1 Nachweisgrenze . . . 25
10.2 Bestimmungsgrenze und Blindwertproblematik . . . 25
10.3 Vergleichsstandardabweichung und Wiederholstandardabweichung . . . 26
11 Qualitätssicherung . . . 27
11.1 Überprüfung des Verfahrens und Blindwertbestimmung . . . 27
11.1.1 Allgemeines . . . 27
11.1.2 Feldblindwert der Innenraumluft . . . 28
11.1.3 Analytischer Laborblindwert . . . 28
11.2 Maßnahmen zur Minimierung des Blindwerts . . . 28
11.3 Dokumentation . . . 28
12 Störungen . . . 28
Anhang A (informativ) **Allgemeine Informationen zu Phthalaten** . . . 30
A.1 Eigenschaften und Vorkommen . . . 30
A.2 Freisetzung und Umweltverhalten . . . 32
A.3 Gesetzliche Regelungen . . . 33
Anhang B (informativ) **Probenahme durch Adsorption mit ODS-Festphasenscheibe oder SDB-Copolymer-Kartusche** . . . 34
B.1 Geräte, Betriebsmittel und Chemikalien . . . 34
B.2 Probenahme . . . 36
B.3 Vorbereitung der Prüflösung . . . 37

B.4 Blindwertversuch . . . 37
B.5 Wiederfindungstest . . . 37
B.6 Vergleichsmessungen . . . 38
Anhang C (informativ) **Lösemittel-Wischproben als Phthalat-Screeningverfahren** . . . 40
C.1 Messstrategie . . . 40
C.2 Auswahl der zu beprobenden Fläche . . . 40
C.3 Probenahme und Aufbereitung der Lösemittel-Wischproben . . . 41
C.3.1 Probenahme . . . 41
C.3.2 Extraktion und Analyse (Ausführungsbeispiel) . . . 41
C.4 Berechnung des Ergebnisses . . . 42
Anhang D (informativ) **Screening-Verfahren für Phthalate in Hausstaubproben** . . . 43
D.1 Charakterisierung von Hausstaub . . . 43
D.2 Messstrategie . . . 43
D.3 Geräte, Betriebsmittel und Chemikalien zur Probenahme und Analyse . . . 44
D.4 Vorbereitung des Raums zur Probenahme . . . 44
D.5 Probenahme . . . 44
D.6 Geräteblindwert bei der Hausstaubprobenahme . . . 45
D.7 Probenaufbereitung . . . 45
D.8 Angabe der Ergebnisse . . . 46
Anhang E (informativ) **Ausführungsbeispiel für die Kalibrierung des Thermodesorptionsverfahren** . . . 47
E.1 Lösung der internen Standards . . . 47
E.2 Stammlösungen . . . 47
E.2.1 Allgemeines . . . 47
E.2.2 Stammlösungen I der Phthalate . . . 47
E.2.3 Stammlösung II der Phthalate . . . 47
E.3 Kalibrierlösungen . . . 47
Anhang F (informativ) **Ausführungsbeispiel für die Kalibrierung des Lösemittelextraktionsverfahrens mit Florisil®** . . . 49
F.1 Lösung des internen Standards . . . 49
F.2 Stammlösungen . . . 49
F.2.1 Allgemeines . . . 49
F.2.2 Stammlösungen I der Phthalate . . . 49
F.2.3 Stammlösungen II der Phthalate . . . 49
F.3 Kalibrierlösungen . . . 49
Anhang G (informativ) **Ausführungsbeispiel für die Gaschromatographie nach thermischer Desorption** . . . 51
Anhang H (informativ) **Ausführungsbeispiel für die Gaschromatographie nach Lösemittelextraktion** . . . 52
Anhang I (informativ) **Blindwertbedingte Schwierigkeiten** . . . 53
I.1 Ausführungsbeispiel für das Tenax® TA-Verfahren . . . 53
I.2 Ausführungsbeispiel für das Florisil®-Verfahren . . . 53
Anhang J (informativ) **Beispiel für ein Probenahmeprotokoll** . . . 54
Literaturhinweise . . . 55

Bilder

Bild 1 — Schematische Darstellung der Probenahmeeinrichtung . . . 14
Bild 2 — Befüllung des Glasröhrchens . . . 15
Bild 3 — Überlagerte GC/MS — Chromatogramme . . . 20
Bild 4 — GC/MS Chromatogramme (m/z = 149) von zwei unterschiedlichen DiNP-Standards . . . 21
Bild 5 — Typische Chromatogramme einer Luftprobe . . . 22
Bild A.1 — Grundstruktur der Phthalate . . . 32
Bild B.1 — Schematische Darstellung der Probenahmehalterung für Festphasenscheiben . . . 35
Bild B.2 — Schematische Darstellung der Probenahmehalterung für Kartuschen . . . 36

Bild C.1 — Ionenspurchromatogramm (m/z = 149) einer Wischprobe von einem phthalathaltigen Wandanstrich (Screeninganalyse ohne IS) 40
Bild C.2 — Probenahme von Lösemittel-Wischproben 41

Tabellen

Tabelle 1 — Arbeitsbereich zur Bestimmung von Phthalaten mit Gehalten von 0,05 µg/m^3 bis 10 µg/m^3 in einer Luftprobe 16
Tabelle 2 — Bestimmbare Phthalate in den verschiedenen Medien 17
Tabelle 3 — Massenspuren (SIM-Massen) 18
Tabelle 4 — Werte der t-Verteilung 24
Tabelle 5 — Beispiele für mittlere Laborblindwerte und Hintergrundwerte (Außenluft) bei der Probenahme von Innenraumluft mit Tenax® TA-Röhrchen 26
Tabelle 6 — Ergebnisse der Ringversuchsauswertungen mit dem jeweiligen Sollwert, Mittelwert, der relativen Standardabweichung und dem Median 26
Tabelle 7 — Ergebnisse eines Ringversuchs zur Phthalatanalytik einer Lösung 27
Tabelle A.1 — Die wichtigsten Phthalate und ausgewählte physikalische Eigenschaften 31
Tabelle A.2 — Phthalatgehalte in Innenraumluftproben (n = 34) 32
Tabelle B.1 — Blindwerte von Phthalaten in einzelnen Adsorbenzien (n = 3) 37
Tabelle B.2 — Wiederfindung der deuterierten Phthalate (n = 3) 38
Tabelle B.3 — Wiederfindung, Wiederholpräzision und Vergleichpräzision des Verfahrens, berechnet mit 2 Adsorbenzien dotiert mit DBP und DEHP (n=5) 39
Tabelle C.1 — Phthalatgehalte in Lösemittel-Wischproben einer Fensterscheibe (450 cm^2) bei nicht-anlassbezogener Messung 41
Tabelle D.1 — Konzentration der Phthalate in ungesiebten Staubproben 45
Tabelle D.2 — Ergebnisse eines Ringversuchs zur Phthalatanalyse einer undotierten ≤ 63 µm Staubmischprobe 46
Tabelle E.1 — Schema zum Ansetzen der Kalibrierlösungen für die Thermodesorption 47
Tabelle F.1 — Schema zum Ansetzen der Kalibrierlösungen für das Lösemittelextraktionsverfahren 49