

E DIN EN 15522-2:2022-06 (D/E)

Erscheinungsdatum: 2022-05-20

Identifizierung von Ölverschmutzungen - Rohöl und Mineralölerzeugnisse aus dem Wasser - Teil 2: Analytische Methodik und Interpretation der Ergebnisse, basierend auf GC-FID- und GC-MS-Analysen bei niedriger Auflösung; Deutsche und Englische Fassung prEN 15522-2:2022

Oil spill identification - Petroleum and Petroleum related products - Part 2: Analytical methodology and interpretation of results based on GC-FID and GC-low resolution-MS analyses; German and English version prEN 15522-2:2022

Inhalt	Seite
Europäisches Vorwort.....	7
Einleitung	8
1 Anwendungsbereich.....	10
2 Normative Verweisungen	10
3 Begriffe	11
3.1 Allgemeines.....	11
3.2 Vergleich von Proben.....	13
3.3 Abkürzungen	14
4 Strategie zur Identifizierung der Quellen von Ölverschmutzungen	14
4.1 Allgemeines.....	14
4.2 Grundlage für zuverlässige Schlussfolgerungen – Numerische Vergleiche.....	15
5 Allgemeine Laboranweisungen	16
5.1 Probenahme und Probenvorbereitung.....	16
5.2 GC-FID- und GC-MS-Analyse	17
5.3 Schlussfolgerungen und Berichterstattung	19
6 Probenvorbereitung.....	19
6.1 Allgemeines.....	19
6.2 Visuelle Untersuchung und Beschreibung von Proben.....	19
6.3 Vorbereitung.....	20
6.3.1 Probenlagerung	20
6.3.2 Wasserproben	20
6.3.3 Ölproben von einem Ethylentetrafluorethylen(ETFE)-Netz	21
6.3.4 Dickflüssiges Öl und emulgierte Ölproben	22
6.3.5 Teerklumpen und emulgierte Klumpen	22
6.3.6 Proben von verölten Vögeln, Fischen und anderen Tieren sowie Pflanzen.....	22
6.3.7 Sediment.....	23
6.4 Reinigung der Proben	23
6.4.1 Allgemeines.....	23
6.4.2 Entfernung von Partikeln	23
6.4.3 Fällung von Asphaltenen.....	24
6.4.4 Reinigung von biogenen Materialien an einer Aluminiumoxid-Säule	25
6.4.5 Reinigung an einer Silicagel- oder Florisil®-Säule.....	25
6.5 Empfohlene Injektionskonzentration	26
7 Charakterisierung und Bewertung der Analysedaten.....	27
7.1 Allgemeines.....	27
7.2 Charakterisierung mittels GC-FID — Stufe 1	28
7.2.1 Allgemeines.....	28

7.2.2	Bewertung des Einflusses der Alterung auf den Vergleich von Proben	29
7.2.3	Verhältnisse acyclischer Isoprenoide — Stufe 1.2	31
7.2.4	Kriterien für Stufe 1	32
7.2.5	Schlussfolgerungen für Stufe 1	32
7.3	Charakterisierung mittels GC-MS — Stufe 2	32
7.3.1	Allgemeines.....	32
7.3.2	Sichtprüfung und allgemeine Charakterisierung — Stufe 2.1	32
7.3.3	Aufbereitung der GC-MS-Ergebnisse — Stufe 2.2.....	33
7.4	Aufbereitung der Ergebnisse unter Anwendung des MS-PW-Plots — Stufe 2.2	34
7.4.1	Allgemeines.....	34
7.4.2	PW-Plot-Berechnungen.....	34
7.4.3	Bewertung der Variabilität der Analyse und Peakintegration.....	35
7.4.4	Bewertung der Alterung	36
7.5	Aufbereitung der Ergebnisse unter Verwendung diagnostischer Verhältnisse — Stufe 2.2	37
7.5.1	Allgemeines.....	37
7.5.2	Berechnung diagnostischer Verhältnisse.....	38
7.5.3	Normative diagnostische Verhältnisse	39
7.5.4	Analysefehler.....	43
7.5.5	Übereinstimmungskriterium für Verhältnisse	44
7.5.6	Kriterien für die Auswahl, den Ausschluss und die Bewertung diagnostischer Verhältnisse	45
7.6	Schlussfolgerungen.....	49
8	Berichterstattung.....	51
8.1	Allgemeines.....	51
8.2	Interne Dokumentation — technischer Bericht.....	51
8.3	Identifizierungsbericht — zusammenfassender Bericht	52
9	Qualitätssicherung.....	53
Anhang A (normativ) GC-FID-Analyse		54
A.1	Allgemeines.....	54
A.2	Analysestandards für GC-FID-Analysen	54
A.2.1	N-Alkane.....	54
A.2.2	Injektionskonzentration für die GC-FID des Standards.....	55
A.2.3	Lagerung von häufig verwendeten Standardlösungen	55
A.3	Vorgeschlagene gerätetechnische Bedingungen	55
A.4	Maßnahmen zur Verbesserung und Verifizierung der Genauigkeit des Verfahrens — GC- FID	56
A.4.1	Massendiskriminierung.....	56
A.4.2	Säulenauflösung	57
A.4.3	Linearität	59
A.4.4	Mittlere Konzentration.....	59
A.4.5	Varianz.....	60
A.4.6	GC-FID-Sequenz.....	60
Anhang B (normativ) GC-MS-Analyse		61
B.1	Allgemeines.....	61
B.2	Analysestandards für GC-MS-Analysen	62
B.2.1	Allgemeines.....	62
B.2.2	Bei jeder Sequenz zu verwendendes Rohöl.....	62
B.2.3	Ölmischung.....	62
B.2.4	Analysestandards für PAK-Homologe	63
B.2.5	FAME.....	63
B.2.6	Lagerung von häufig verwendeten Standardlösungen	63
B.3	Vorgeschlagene gerätetechnische Bedingungen	63
B.3.1	GC-Bedingungen für den Austausch von Analyseergebnissen.....	63
B.3.2	GC-MS-Bedingungen für die Analyse mit vollständiger Abtastung	66
B.3.3	MS-Vorbereitung für die Analyse mit selektiver Ionenregistrierung (SIM)	67
B.4	Maßnahmen zur Verbesserung und Verifizierung der Genauigkeit des GC-MS-Verfahrens	68

B.4.1	Relative Retentionszeit	68
B.4.2	Massendiskriminierung.....	68
B.4.3	Peaksymmetrie und Säulenauflösung	68
B.4.4	Muster	69
B.4.5	Linearität.....	69
B.4.6	Mittlere Konzentration.....	69
B.4.7	Varianz.....	69
B.4.8	Probenanalyse mit GC-MS.....	70
Anhang C (informativ) Angaben zur Präzision.....		71
C.1	Allgemeines.....	71
C.2	Präzision des MS-PW-Plots.....	71
C.3	Präzision des Verhältnisvergleichs	72
C.4	Vergleichbarkeit.....	73
C.5	Auswirkung der Art des Verhältnisses auf die RSD.....	74
C.6	Beispiel für die Berechnung von Paar-Verhältnissen in Excel®	76
C.7	Berechnung der Verdunstungslinie für den MS-PW-Plot in Excel®	76
Anhang D (normativ) Bewertende Berichterstattung unter Anwendung von Übereinstimmungsfestlegungen oder Wahrscheinlichkeitsverhältnissen		79
D.1	Allgemeines	79
D.2	Übereinstimmungsfestlegungen	79
D.3	Wahrscheinlichkeitsverhältnisse (LR).....	80
Anhang E (normativ) Liste von mit GC-MS-SIM analysierten Verbindungen und Verbindungsgruppen		82
E.1	Allgemeines	82
E.2	Verbindungen.....	83
E.2.1	Allgemeines	83
E.2.2	Verbindungsart.....	88
E.3	Normative Verhältnisse und informative Verhältnisse	89
Anhang F (informativ) Chromatogramme und Verhältnisse von mit GC-MS-SIM analysierten Verbindungen und Verbindungsgruppen		93
F.1	Allgemeines.....	93
F.2	Alkane	94
F.3	Cyclohexane und polycyclische Alkane	95
F.4	Monoaromatische und polyaromatische Verbindungen.....	100
F.4.1	Alkylbenzene und Alkyltoluene.....	100
F.4.2	PAK, Alkyl-PAK und S-PAK	100
F.4.3	Triaromatische Sterane.....	109
F.5	FAME.....	110
Anhang G (informativ) Allgemeine Zusammensetzung von Ölen – Chemische Gruppen		113
G.1	Allgemeines	113
G.2	Kohlenwasserstoffe	114
G.3	Aliphatische Verbindungen.....	114
G.3.1	Allgemeines	114
G.3.2	Paraffine.....	114
G.3.3	Naphthene.....	114
G.4	Aromatische Verbindungen	115
G.5	Heteroatomhaltige organische Verbindungen	115
G.5.1	Allgemeines	115
G.5.2	Harze	115
G.5.3	Asphaltene	116
Anhang H (informativ) Alterung von auf dem Wasser oder an Land freigesetzten Ölen		117
H.1	Allgemeines.....	117
H.2	Alterungsprozesse	117
H.2.1	Alterung von auf dem Wasser freigesetzten Ölen.....	117

H.2.2	Alterung von auf dem Wasser schwimmenden Ölen, die an Land gestrandet sind, oder von Ölverschmutzungen an Land.....	119
H.2.3	Vermischen und Verunreinigung.....	119
H.2.4	Dispersion.....	120
H.2.5	In-situ-Verbrennung	122
H.3	Bewertung der Alterungsprozesse	123
H.3.1	Verdunstung	123
H.3.2	Lösung.....	126
H.3.3	Photooxidation.....	128
H.3.4	Biologischer Abbau.....	133
H.3.5	Umverteilung von Wachsen.....	136
H.3.6	Vermischen	141
H.3.7	Verunreinigung.....	143
H.3.8	In-situ-Verbrennung	144

Anhang I (informativ) Charakteristische Merkmale von verschiedenen Ölarten bei der Identifizierung von Ölverschmutzungen.....		146
I.1	Allgemeines.....	146
I.2	Rohöl	146
I.2.1	Allgemeines.....	146
I.2.2	Analyse	147
I.3	Leichtöl (Gasöl, Dieselkraftstoff, Kraftstoff Nr. 2, biogene Brennstoffe, GTL).....	153
I.3.1	Allgemeines.....	153
I.3.2	Analyse, GC-Screening	154
I.3.3	GC-MS-Analyse.....	156
I.3.4	Biogene Brennstoffe.....	159
I.3.5	Erzeugnisse aus GTL-Prozessen	161
I.4	Schmieröl.....	162
I.4.1	Allgemeines.....	162
I.4.2	Analyse	163
I.5	Schweröl (HFO, Bunkeröl C, Kraftstoff Nr. 6) und schwefelarmes Heizöl.....	167
I.5.1	Allgemeines.....	167
I.5.2	Analyse	169
I.6	Altöl (Bilgenöl, Schlamm, Schmutzwasser)	177
I.6.1	Allgemeines.....	177
I.6.2	Analyse	178
I.7	Schlussfolgerung	183

Anhang J (informativ) Beispiel für eine externe Dokumentation — Identifizierungsbericht über einen Ölverschmutzungsfall		184
J.1	Allgemeines.....	184
J.2	Angaben zur Probe	184
J.3	Analytisches Verfahren	184
J.3.1	Verfahren.....	184
J.3.2	Verdünnung/Extraktion	184
J.3.3	Analysen.....	184
J.4	Ergebnisse	184
J.5	Auswertung.....	185
J.5.1	Allgemeines.....	185
J.5.2	Übereinstimmung	185
J.5.3	Wahrscheinliche Übereinstimmung	185
J.5.4	Nicht eindeutig.....	185
J.5.5	Nicht-Übereinstimmung	185
J.6	Schlussfolgerungen.....	186

Anhang K (informativ) Beispiel für eine interne Dokumentation – Technischer Bericht über einen Ölverschmutzungsfall		187
K.1	Allgemeines.....	187
K.2	Angaben zur Probe	187

K.2.1	Proben.....	187
K.2.2	Kontaktdaten	187
K.2.3	Auftrag	187
K.2.4	Fotografie(n) der Proben.....	188
K.3	Probenvorbereitung und -analysen	188
K.4	Qualitätssicherung.....	191
K.5	GC-FID-Ergebnisse — Stufe 1	192
K.5.1	GC-FID-Chromatogramme — Stufe 1.1	192
K.5.2	GC-FID, numerische Vergleiche — Stufe 1.2	194
K.5.3	GC-FID, Schlussfolgerungen	201
K.6	GC-MS-Ergebnisse — Stufe 2	201
K.6.1	Allgemeines	201
K.6.2	GC-MS-Chromatogramme — Stufe 2.1	201
K.6.3	GC-MS, numerische Vergleiche — Stufe 2.2.....	203
K.6.4	Sichtprüfung.....	211
K.6.5	Übergreifende Schlussfolgerungen	211
	Literaturhinweise	212