

# DIN EN 15522-2:2023-07 (D)

## Identifizierung von Ölverschmutzungen - Mineralöl und verwandte Produkte - Teil 2: Analytische Methodik und Interpretation der Ergebnisse, basierend auf GC-FID- und GC-MS-Analysen bei niedriger Auflösung; Deutsche Fassung EN 15522-2:2023

---

| 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 Laboratoriumsanweisungen.....  | 17    |
| 5.1 Probenahme und Probenvorbereitung.....  | 17    |
| 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 .....  | 21    |
| 6.3.3 Ölproben von einem Ethylentetrafluorethylen(ETFE)-Netz .....                          | 22    |
| 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 aus der Vegetation ..... | 23    |
| 6.3.7 Sediment.....   | 23    |
| 6.4 Aufreinigung der Proben .....   | 23    |
| 6.4.1 Allgemeines.....  | 23    |
| 6.4.2 Entfernung von Partikeln .....  | 24    |
| 6.4.3 Fällung von Asphaltenen.....  | 25    |
| 6.4.4 Aufreinigung von biogenen Materialien über eine Aluminiumoxid-Säule.....              | 25    |
| 6.4.5 Aufreinigung über eine 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.....                                 | 32    |
| 7.2.4 Kriterien für Stufe 1.....  | 33    |
| 7.2.5 Schlussfolgerungen für Stufe 1.....   | 33    |
| 7.3 Charakterisierung mittels GC-MS — Stufe 2 .....   | 33    |

|   |   |    |
|---|---|----|
| 7.3.1                                   | Allgemeines.....  | 33 |
| 7.3.2                                   | Visuelle Begutachtung und allgemeine Charakterisierung — Stufe 2.1.....                       | 33 |
| 7.3.3                                   | Aufbereitung der GC-MS-Ergebnisse — Stufe 2.2.....  | 34 |
| 7.4                                     | Aufbereitung der Ergebnisse unter Anwendung des MS-PW-Plots — Stufe 2.2 .....                 | 35 |
| 7.4.1                                   | Allgemeines.....  | 35 |
| 7.4.2                                   | PW-Plot-Berechnungen.....   | 35 |
| 7.4.3                                   | Bewertung der Variabilität der Analyse und Peakintegration.....                               | 36 |
| 7.4.4                                   | Bewertung der Alterung .....  | 37 |
| 7.5                                     | Aufbereitung der Ergebnisse unter Verwendung diagnostischer Verhältnisse — Stufe 2.2 ....     | 38 |
| 7.5.1                                   | Allgemeines.....  | 38 |
| 7.5.2                                   | Berechnung diagnostischer Verhältnisse.....   | 39 |
| 7.5.3                                   | Normative diagnostische Verhältnisse .....  | 40 |
| 7.5.4                                   | Analysefehler.....  | 44 |
| 7.5.5                                   | Übereinstimmungskriterium für Verhältnisse .....  | 45 |
| 7.5.6                                   | Kriterien für die Auswahl, den Ausschluss und die Bewertung diagnostischer Verhältnisse ..... | 46 |
| 7.6                                     | Schlussfolgerungen.....   | 50 |
| 8                                       | Berichterstattung.....  | 52 |
| 8.1                                     | Allgemeines.....  | 52 |
| 8.2                                     | Interne Dokumentation — technischer Bericht.....  | 52 |
| 8.3                                     | Identifizierungsbericht — zusammenfassender Bericht .....                                     | 53 |
| 9                                       | Qualitätssicherung.....   | 54 |
| Anhang A (normativ) GC-FID-Analyse..... |   | 55 |
| A.1                                     | Allgemeines.....  | 55 |
| A.2                                     | Analysestandards für GC-FID-Analysen .....  | 55 |
| A.2.1                                   | N-Alkane.....   | 55 |
| A.2.2                                   | Injektionskonzentration für die GC-FID des Standards.....                                     | 56 |
| A.2.3                                   | Lagerung von häufig verwendeten Standardlösungen .....  | 56 |
| A.3                                     | Vorgeschlagene gerätetechnische Bedingungen .....   | 56 |
| A.4                                     | Maßnahmen zur Verbesserung und Verifizierung der Genauigkeit des Verfahrens — GC-FID .....    | 57 |
| A.4.1                                   | Massendiskriminierung.....  | 57 |
| A.4.2                                   | Säulenauflösung .....   | 58 |
| A.4.3                                   | Linearität .....  | 60 |
| A.4.4                                   | Mittlere Konzentration.....   | 60 |
| A.4.5                                   | Varianz.....  | 61 |
| A.4.6                                   | GC-FID-Sequenz.....   | 61 |
| Anhang B (normativ) GC-MS-Analyse.....  |   | 62 |
| B.1                                     | Allgemeines.....  | 62 |
| B.2                                     | Analysestandards für GC-MS-Analysen .....   | 63 |
| B.2.1                                   | Allgemeines.....  | 63 |
| B.2.2                                   | Bei jeder Sequenz zu verwendendes Rohöl.....  | 63 |
| B.2.3                                   | Ölmischung.....   | 63 |
| B.2.4                                   | Analysestandards für PAK-Homologe .....   | 64 |
| B.2.5                                   | FAME.....   | 64 |
| B.2.6                                   | Lagerung von häufig verwendeten Standardlösungen .....  | 64 |
| B.3                                     | Vorgeschlagene gerätetechnische Bedingungen .....   | 64 |
| B.3.1                                   | GC-Bedingungen für den Austausch von Analyseergebnissen.....                                  | 64 |
| B.3.2                                   | GC-MS-Bedingungen für die Analyse mit vollständiger Abtastung .....                           | 67 |
| B.3.3                                   | MS-Vorbereitung für die Analyse mit selektiver Ionenregistrierung (SIM) .....                 | 68 |
| B.4                                     | Maßnahmen zur Verbesserung und Verifizierung der Genauigkeit des GC-MS-Verfahrens ....        | 69 |
| B.4.1                                   | Relative Retentionszeit .....   | 69 |
| B.4.2                                   | Massendiskriminierung.....  | 69 |
| B.4.3                                   | Peaksymmetrie und Säulenauflösung.....  | 69 |
| B.4.4                                   | Muster .....  | 70 |
| B.4.5                                   | Linearität .....  | 70 |

|   |  |            |
|---|--|------------|
| B.4.6   | Mittlere Konzentration.....  | 70         |
| B.4.7   | Varianz.....   | 70         |
| B.4.8   | Probenanalyse mit GC-MS.....   | 71         |
| <b>Anhang C (informativ) Angaben zur Präzision.....</b>   |  | <b>72</b>  |
| C.1   | Allgemeines.....   | 72         |
| C.2   | Präzision des MS-PW-Plots.....   | 72         |
| C.3   | Präzision des Verhältnisvergleichs .....   | 73         |
| C.4   | Vergleichbarkeit.....  | 74         |
| C.5   | Auswirkung der Art des Verhältnisses auf die RSD.....  | 75         |
| C.6   | Beispiel für die Berechnung von Paar-Verhältnissen in Excel® .....   | 77         |
| C.7   | Berechnung der Verdunstungslinie für den MS-PW-Plot in Excel® .....  | 77         |
| <b>Anhang D (normativ) Bewertende Berichterstattung unter Anwendung von<br/>Übereinstimmungsfestlegungen oder Wahrscheinlichkeitsverhältnissen.....</b> |  | <b>80</b>  |
| D.1   | Allgemeines.....   | 80         |
| D.2   | Übereinstimmungsfestlegungen .....   | 80         |
| D.3   | Wahrscheinlichkeitsverhältnisse (LR).....  | 81         |
| <b>Anhang E (normativ) Liste von mit GC-MS-SIM analysierten Verbindungen und<br/>Verbindungsgruppen .....</b>   |  | <b>83</b>  |
| E.1   | Allgemeines.....   | 83         |
| E.2   | Verbindungen.....  | 84         |
| E.2.1   | Allgemeines.....   | 84         |
| E.2.2   | Verbindungsart.....  | 89         |
| E.3   | Normative Verhältnisse und informative Verhältnisse .....  | 90         |
| <b>Anhang F (informativ) Chromatogramme und Verhältnisse von mit GC-MS-SIM analysierten<br/>Verbindungen und Verbindungsgruppen .....</b>               |  | <b>94</b>  |
| F.1   | Allgemeines.....   | 94         |
| F.2   | Alkane .....   | 95         |
| F.3   | Cyclohexane und polycyclische Alkane .....   | 96         |
| F.4   | Monoaromatische und polyaromatische Verbindungen .....   | 101        |
| F.4.1   | Alkylbenzole und Alkyltoluole.....   | 101        |
| F.4.2   | PAK, Alkyl-PAK und S-PAK .....   | 101        |
| F.4.3   | Triaromatische Sterane.....  | 110        |
| F.5   | FAME.....  | 111        |
| <b>Anhang G (informativ) Allgemeine Zusammensetzung von Ölen – Chemische Gruppen .....</b>  |  | <b>114</b> |
| G.1   | Allgemeines.....   | 114        |
| G.2   | Kohlenwasserstoffe .....   | 115        |
| G.3   | Aliphatische Verbindungen.....   | 115        |
| G.3.1   | Allgemeines.....   | 115        |
| G.3.2   | Paraffine.....   | 115        |
| G.3.3   | Naphthene.....   | 115        |
| G.4   | Aromatische Verbindungen .....   | 116        |
| G.5   | Heteroatomhaltige organische Verbindungen .....  | 116        |
| G.5.1   | Allgemeines.....   | 116        |
| G.5.2   | Harze .....  | 116        |
| G.5.3   | Asphaltene .....   | 117        |
| <b>Anhang H (informativ) Alterung von auf dem Wasser oder an Land freigesetzten Ölen .....</b>  |  | <b>118</b> |
| H.1   | Allgemeines.....   | 118        |
| H.2   | Alterungsprozesse .....  | 118        |
| H.2.1   | Alterung von auf dem Wasser freigesetzten Ölen.....  | 118        |
| H.2.2   | Alterung von auf dem Wasser schwimmenden Ölen, die an Land gestrandet sind, oder<br>von Ölverschmutzungen an Land..... | 120        |
| H.2.3   | Vermischen und Verunreinigung.....   | 120        |
| H.2.4   | Dispersion.....  | 121        |
| H.2.5   | In-situ-Verbrennung .....  | 123        |
| H.3   | Bewertung der Alterungsprozesse .....  | 124        |

|       |                               |     |
|-------|-------------------------------|-----|
| H.3.1 | Verdunstung .....             | 124 |
| H.3.2 | Lösung.....                   | 127 |
| H.3.3 | Photooxidation.....           | 129 |
| H.3.4 | Biologischer Abbau.....       | 134 |
| H.3.5 | Umverteilung von Wachsen..... | 137 |
| H.3.6 | Vermischen .....              | 142 |
| H.3.7 | Verunreinigung.....           | 144 |
| H.3.8 | In-situ-Verbrennung .....     | 145 |

|  |   |            |
|--|---|------------|
| <b>Anhang I (informativ) Charakteristische Merkmale von verschiedenen Ölarnten bei der</b> |   |            |
|  | <b>Identifizierung von Ölverschmutzungen.....</b>   | <b>147</b> |
| I.1  | Allgemeines.....  | 147        |
| I.2  | Rohöl .....   | 147        |
| I.2.1  | Allgemeines.....  | 147        |
| I.2.2  | Analyse .....   | 148        |
| I.3  | Destillatreibstoff (Gasöl, Dieselkraftstoff, Kraftstoff Nr. 2, biogene Brennstoffe, GTL)..... | 154        |
| I.3.1  | Allgemeines.....  | 154        |
| I.3.2  | Analyse, GC-Screening .....   | 155        |
| I.3.3  | GC-MS-Analyse.....  | 157        |
| I.3.4  | Biogene Brennstoffe.....  | 160        |
| I.3.5  | Erzeugnisse aus GTL-Prozessen .....   | 162        |
| I.4  | Schmieröl.....  | 163        |
| I.4.1  | Allgemeines.....  | 163        |
| I.4.2  | Analyse .....   | 164        |
| I.5  | Schweröl (HFO, Bunkeröl C, Kraftstoff Nr. 6) und schwefelarmes Schweröl .....                 | 168        |
| I.5.1  | Allgemeines.....  | 168        |
| I.5.2  | Analyse .....   | 170        |
| I.6  | Ölrückstände (Bilgenöl, Schlamm, Schmutzwasser) .....   | 178        |
| I.6.1  | Allgemeines.....  | 178        |
| I.6.2  | Analyse .....   | 179        |
| I.7  | Schlussfolgerung .....  | 184        |

|   |   |            |
|---|---|------------|
| <b>Anhang J (informativ) Beispiel für eine externe Dokumentation — Identifizierungsbericht über</b> |   |            |
|   | <b>einen Ölverschmutzungsfall .....</b> | <b>185</b> |
| J.1   | Allgemeines.....                        | 185        |
| J.2   | Angaben zur Probe .....                 | 185        |
| J.3   | Analytisches Verfahren .....            | 185        |
| J.3.1   | Verfahren.....                          | 185        |
| J.3.2   | Verdünnung/Extraktion .....             | 185        |
| J.3.3   | Analysen.....                           | 185        |
| J.4   | Ergebnisse .....                        | 185        |
| J.5   | Auswertung.....                         | 186        |
| J.5.1   | Allgemeines.....                        | 186        |
| J.5.2   | Übereinstimmung .....                   | 186        |
| J.5.3   | Wahrscheinliche Übereinstimmung .....   | 186        |
| J.5.4   | Nicht eindeutig.....                    | 186        |
| J.5.5   | Nicht-Übereinstimmung .....             | 186        |
| J.6   | Schlussfolgerungen.....                 | 187        |

|   |   |            |
|---|---|------------|
| <b>Anhang K (informativ) Beispiel für eine interne Dokumentation – Technischer Bericht über</b> |   |            |
|   | <b>einen Ölverschmutzungsfall .....</b> | <b>188</b> |
| K.1   | Allgemeines.....                        | 188        |
| K.2   | Angaben zur Probe .....                 | 188        |
| K.2.1   | Proben.....                             | 188        |
| K.2.2   | Kontaktdaten.....                       | 188        |
| K.2.3   | Auftrag.....                            | 188        |
| K.2.4   | Fotografie(n) der Proben.....           | 189        |
| K.3   | Probenvorbereitung und -analysen .....  | 189        |
| K.4   | Qualitätssicherung.....                 | 192        |

|       |   |     |
|-------|---|-----|
| K.5   | GC-FID-Ergebnisse — Stufe 1 .....               | 193 |
| K.5.1 | GC-FID-Chromatogramme — Stufe 1.1 .....         | 193 |
| K.5.2 | GC-FID, numerische Vergleiche — Stufe 1.2 ..... | 195 |
| K.5.3 | GC-FID, Schlussfolgerungen .....                | 202 |
| K.6   | GC-MS-Ergebnisse — Stufe 2 .....                | 202 |
| K.6.1 | Allgemeines .....                               | 202 |
| K.6.2 | GC-MS-Chromatogramme — Stufe 2.1 .....          | 202 |
| K.6.3 | GC-MS, numerische Vergleiche — Stufe 2.2.....   | 204 |
| K.6.4 | Visuelle Begutachtung .....                     | 212 |
| K.6.5 | Übergreifende Schlussfolgerungen .....          | 212 |
|       | Literaturhinweise .....                         | 213 |