

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
Anhang C (informativ) Angaben zur Präzision.....		72
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
Anhang D (normativ) Bewertende Berichterstattung unter Anwendung von Übereinstimmungsfestlegungen oder Wahrscheinlichkeitsverhältnissen.....		80
D.1	Allgemeines.....	80
D.2	Übereinstimmungsfestlegungen	80
D.3	Wahrscheinlichkeitsverhältnisse (LR).....	81
Anhang E (normativ) Liste von mit GC-MS-SIM analysierten Verbindungen und Verbindungsgruppen		83
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
Anhang F (informativ) Chromatogramme und Verhältnisse von mit GC-MS-SIM analysierten Verbindungen und Verbindungsgruppen		94
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
Anhang G (informativ) Allgemeine Zusammensetzung von Ölen – Chemische Gruppen		114
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
Anhang H (informativ) Alterung von auf dem Wasser oder an Land freigesetzten Ölen		118
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 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

Anhang I (informativ) Charakteristische Merkmale von verschiedenen Ölarnten bei der		
	Identifizierung von Ölverschmutzungen.....	147
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

Anhang J (informativ) Beispiel für eine externe Dokumentation — Identifizierungsbericht über		
	einen Ölverschmutzungsfall	185
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

Anhang K (informativ) Beispiel für eine interne Dokumentation – Technischer Bericht über		
	einen Ölverschmutzungsfall	188
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