

# 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 Lösemittlextraktion	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 Lösemittlextraktionsverfahrens	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 Thermodesorptionsverfahrens . . . . .		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 Lösemittlextraktionsverfahrens 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 Lösemittlextraktion . . . . .		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 $0,05 \mu\text{g}/\text{m}^3$ bis $10 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 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 Adsorbentien ( $n = 3$ ) . . . . .	37
Tabelle B.2 — Wiederfindung der deuterierten Phthalate ( $n = 3$ ) . . . . .	38
Tabelle B.3 — Wiederfindung, Wiederholpräzision und Vergleichpräzision des Verfahrens, berechnet mit 2 Adsorbentien dotiert mit DBP und DEHP ( $n=5$ ) . . . . .	39
Tabelle C.1 — Phthalatgehalte in Lösemittel-Wischproben einer Fensterscheibe ( $450 \text{ cm}^2$ ) 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 $\leq 63 \mu\text{m}$ 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