

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 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 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 $0,05 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 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 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 |