

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 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 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