

# 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 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 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 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 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

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