

DIN ISO 16000-33

Diese Norm ist Bestandteil des VDI/DIN-Handbuches Reinhaltung der Luft, Band 5.

ICS 13.040.20

**Innenraumluftverunreinigungen –
Teil 33: Bestimmung von Phthalaten mit
Gaschromatographie/Massenspektrometrie (GC/MS) (ISO 16000-33:2017)**

Indoor air –

Part 33: Determination of phthalates with gas chromatography/mass spectrometry (GC/MS)
(ISO 16000-33:2017)

Air intérieur –

Partie 33: Détermination des phthalates par chromatographie en phase
gazeuse/spectrométrie de masse (CPG/SM) (ISO 16000-33:2017)

Gesamtumfang 52 Seiten

VDI/DIN-Kommission Reinhaltung der Luft (KRdL) - Normenausschuss

Inhalt

	Seite
Nationales Vorwort.....	4
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise	7
Vorwort	10
Einleitung	11
1 Anwendungsbereich.....	12
2 Normative Verweisungen	12
3 Begriffe	12
4 Probenahmeverfahren und analytische Geräte	13
4.1 Allgemeines	13
4.2 Probenahme durch Adsorption mit anschließender Thermodesorption	13
4.2.1 Geräte, Betriebsmittel und Chemikalien	13
4.2.2 Vorbereitung der Thermodesorptionsröhrchen	14
4.2.3 Probenahme	15
4.3 Probenahme durch Adsorption mit anschließender Lösemittlextraktion.....	15
4.3.1 Geräte, Betriebsmittel und Chemikalien	15
4.3.2 Vorbereitung des Florisil® ²⁾ und der Adsorptionsröhrchen	17
4.3.3 Hinweise zur Verwendung von Florisil® ²⁾	17
4.3.4 Probenahme	17
4.3.5 Probenaufbereitung	18
5 Kalibrierung	19
5.1 Allgemeines	19
5.2 Kalibrierung des Thermodesorptionsverfahrens.....	20
5.3 Kalibrierung des Lösemittlextraktionsverfahrens.....	20
6 Identifizierung und Quantifizierung	20
6.1 Massenspektrometrische Analyse.....	20
7 Aufstellung der Kalibrierkurven und Berechnung der Analytmasse.....	24
7.1 Aufstellung der Kalibrierkurven	24
7.2 Berechnung der Analytmasse	25
8 Berechnung der Innenraumluftkonzentrationen.....	27
9 Verfahrenskenngrößen.....	27
9.1 Nachweisgrenze	27
9.2 Bestimmungsgrenze und Blindwertproblematik.....	27
9.3 Vergleichsstandardabweichung und Wiederholstandardabweichung.....	28
10 Qualitätssicherung	30
10.1 Überprüfung des Verfahrens und Blindwertbestimmung.....	30
10.1.1 Feldblindwert der Innenraumluft.....	30
10.1.2 Analytischer Laborblindwert.....	30
10.2 Maßnahmen zur Minimierung des Blindwerts.....	31
10.3 Dokumentation	31
11 Störungen	31

Anhang A (informativ) Allgemeine Informationen zu Phthalaten	32
A.1 Eigenschaften und Vorkommen	32
A.2 Freisetzung und Umweltverhalten	34
A.3 Gesetzliche Regelungen	35
Anhang B (informativ) Lösemittel-Wischproben als Phthalat-Screeningverfahren.....	36
B.1 Messstrategie	36
B.2 Auswahl der zu beprobenden Fläche	37
B.3 Probenahme und Aufbereitung der Lösemittel-Wischproben	37
B.3.1 Probenahme	37
B.3.2 Extraktion und Analyse (Ausführungsbeispiel)	37
B.4 Berechnung des Ergebnisses	38
Anhang C (informativ) Hausstaubproben als Phthalat-Screeningverfahren	39
C.1 Definition und Charakterisierung von Hausstaub	39
C.2 Messstrategie	40
C.3 Geräte, Betriebsmittel und Chemikalien zur Probenahme und Analyse	40
C.4 Vorbereitung des Raums zur Probenahme	40
C.5 Probenahme	41
C.6 Geräteblindwert bei der Hausstaubprobenahme	41
C.7 Probenaufbereitung	41
C.8 Angabe der Ergebnisse	42
Anhang D (informativ) Ausführungsbeispiel für die Kalibrierung des Thermodesorptionsverfahrens.....	43
D.1 Lösung des internen Standards	43
D.2 Stammlösungen	43
D.2.1 Stammlösungen I der Phthalate	43
D.2.2 Stammlösung II der Phthalate	43
D.3 Kalibrierlösungen	43
Anhang E (informativ) Ausführungsbeispiel für die Kalibrierung des Lösemittlextraktionsverfahrens mit Florisil®²⁾	45
E.1 Lösung des internen Standards	45
E.2 Stammlösungen	45
E.2.1 Stammlösungen I der Phthalate	45
E.2.2 Stammlösungen II der Phthalate	45
E.3 Kalibrierlösungen	45
Anhang F (informativ) Ausführungsbeispiel für die Gaschromatographie nach thermischer Desorption	47
Anhang G (informativ) Ausführungsbeispiel für die Gaschromatographie nach Lösemittlextraktion	48
Anhang H (informativ) Blindwertbedingte Schwierigkeiten	49
H.1 Ausführungsbeispiel für das Tenax® TA ¹⁾ -Verfahren	49
H.2 Ausführungsbeispiel für das Florisil® ²⁾ -Verfahren	49
Anhang I (informativ) Beispiel für ein Probenahmeprotokoll	50
Literaturhinweise.....	51

Nationales Vorwort

Internationale Technische Regelsetzung zum Innenraumluftbereich

ISO 16000-33 wurde vom Unterkomitee SC 6 „Indoor air“ des Technischen Komitees ISO/TC 146 „Air quality“ in der Arbeitsgruppe 20 „Determination of phthalates“ erarbeitet. Obmannschaft und Sekretariat der Arbeitsgruppe liegen beim DIN (Deutschland). An der Erstellung dieser Norm war der Fachbereich 4 „Umweltmesstechnik“ der VDI/DIN-Kommission Reinhaltung der Luft (KRdL) – Normenausschuss maßgeblich beteiligt.

Allgemeine und stoffspezifische Aspekte für die Messplanung, die vor oder während der Messung beachtet werden sollten, sowie Messverfahren für einzelne Stoffe bzw. Stoffgruppen und Mikroorganismen in der Innenraumluft sind in den einzelnen Teilen der ISO 16000 festgelegt.

Für die im Abschnitt 2 zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 16000-1	siehe DIN EN ISO 16000-1
ISO 16000-5	siehe DIN EN ISO 16000-5
ISO 16000-6	siehe DIN ISO 16000-6

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. DIN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Diese Norm basiert auf der VDI 4301 Blatt 6; Widersprüche oder unterschiedliche Vorgehensweisen liegen nicht vor.

Nationale Technische Regelsetzung zum Innenraumluftbereich

Messplanerische Aspekte von Innenraumluftmessungen für einzelne Stoffe bzw. Stoffgruppen werden in den einzelnen Blättern der Richtlinie VDI 4300 (siehe auch Abschnitt „Nationaler Anhang NA“) behandelt. Zum Teil dienen sie als alleinige Basisdokumente für die Erstellung einzelner Teile der ISO 16000 (z. B. bei der ISO 16000-1, ISO 16000-2, ISO 16000-5, ISO 16000-7, ISO 16000-12, ISO 16000-15, ISO 16000-16, ISO 16000-17, ISO 16000-18 und ISO 16000-26). Die Messverfahren (Probenahme und Nachweisverfahren) zur Bestimmung der jeweiligen Stoffe bzw. Stoffgruppen in der Innenraumluft werden in den Blättern der Richtlinie VDI 4301 dargestellt. Messverfahren, die sowohl im Innenraumluft- als auch im Immissionsbereich eingesetzt werden können, sind in weiteren VDI-Richtlinien festgelegt.

DIN ISO 16000 bzw. DIN EN ISO 16000 mit dem allgemeinen Titel *Innenraumluftverunreinigungen* besteht aus folgenden Teilen:

- DIN EN ISO 16000-1, *Allgemeine Aspekte der Probenahmestrategie*
- DIN EN ISO 16000-2, *Probenahmestrategie für Formaldehyd*
- DIN ISO 16000-3, *Messen von Formaldehyd und anderen Carbonylverbindungen in der Innenraumluft und in Prüfkammern — Probenahme mit einer Pumpe*
- DIN ISO 16000-4, *Bestimmung von Formaldehyd — Probenahme mit Passivsammlern*
- DIN EN ISO 16000-5, *Probenahmestrategie für flüchtige organische Verbindungen (VOC)*
- DIN ISO 16000-6, *Bestimmung von VOC in der Innenraumluft und in Prüfkammern, Probenahme auf Tenax® TA, thermische Desorption und Gaschromatographie mittels MS oder MS-FID*

- DIN EN ISO 16000-7, *Probenahmestrategie zur Bestimmung luftgetragener Asbestfaserkonzentrationen*
- DIN ISO 16000-8, *Bestimmung des lokalen Alters der Luft in Gebäuden zur Charakterisierung der Lüftungsbedingungen*
- DIN EN ISO 16000-9, *Bestimmung der Emission von flüchtigen organischen Verbindungen aus Bauprodukten und Einrichtungsgegenständen — Emissionsprüfkammer-Verfahren*
- DIN EN ISO 16000-10, *Bestimmung der Emission von flüchtigen organischen Verbindungen aus Bauprodukten und Einrichtungsgegenständen — Emissionsprüfzellen-Verfahren*
- DIN EN ISO 16000-11, *Bestimmung der Emission von flüchtigen organischen Verbindungen aus Bauprodukten und Einrichtungsgegenständen — Probenahme, Lagerung der Proben und Vorbereitung der Prüfstücke*
- DIN EN ISO 16000-12, *Probenahmestrategie für polychlorierte Biphenyle (PCB), polychlorierte Dibenzo-*p*-dioxine (PCDD), polychlorierte Dibenzofurane (PCDF) und polycyclische aromatische Kohlenwasserstoffe (PAH)*
- DIN ISO 16000-13, *Bestimmung der Summe gasförmiger und partikelgebundener dioxin-ähnlicher Biphenyle (PCB) und polychlorierter Dibenzo-*p*-dioxine/Dibenzofurane (PCDD/PCDF) — Probenahme auf Filtern mit nachgeschalteten Sorbenzien*
- DIN ISO 16000-14, *Bestimmung der Summe gasförmiger und partikelgebundener polychlorierter dioxin-ähnlicher Biphenyle (PCB) und polychlorierter Dibenzo-*p*-dioxine/Dibenzofurane (PCDD/PCDF) — Extraktion, Reinigung und Analyse mit hochauflösender Gaschromatographie und Massenspektrometrie*
- DIN EN ISO 16000-15, *Probenahmestrategie für Stickstoffdioxid (NO₂)*
- DIN ISO 16000-16, *Nachweis und Zählung von Schimmelpilzen — Probenahme durch Filtration*
- DIN ISO 16000-17, *Nachweis und Zählung von Schimmelpilzen — Kultivierungsverfahren*
- DIN ISO 16000-18, *Nachweis und Zählung von Schimmelpilzen — Probenahme durch Impaktion*
- DIN ISO 16000-19, *Probenahmestrategie für Schimmelpilze*
- DIN ISO 16000-20, *Nachweis und Zählung von Schimmelpilzen — Bestimmung der Gesamtsporenanzahl*
- DIN ISO 16000-21, *Nachweis und Zählung von Schimmelpilzen — Probenahme von Materialien*
- DIN ISO 16000-23, *Leistungsprüfung zur Beurteilung der Konzentrationsminderung von Formaldehyd durch sorbierende Baumaterialien*
- DIN ISO 16000-24, *Leistungsprüfung zur Beurteilung der Konzentrationsminderung von flüchtigen organischen Verbindungen (ohne Formaldehyd) durch sorbierende Baumaterialien*
- DIN ISO 16000-25, *Bestimmung der Emission von schwerflüchtigen organischen Verbindungen aus Bauprodukten — Mikro-Prüfkammervorverfahren*
- DIN ISO 16000-26, *Probenahmestrategie für Kohlendioxid (CO₂)*
- DIN ISO 16000-27, *Standardverfahren zur Messung von auf Oberflächen abgelagerten Faserstäuben (REM/EDXA)*

DIN ISO 16000-33:2017-12

- DIN ISO 16000-28, *Bestimmung der Geruchsstoffemissionen aus Bauprodukten mit einer Emissionsprüfkammer*
- DIN ISO 16000-29, *Prüfverfahren für VOC-Detektoren*
- DIN ISO 16000-30, *Sensorische Prüfung der Innenraumluft*
- DIN ISO 16000-31, *Bestimmung von Flammschutzmitteln und Weichmachern auf der Basis phosphororganischer Verbindungen — Phosphorsäureester*
- DIN EN ISO 16000-32, *Untersuchung von Gebäuden auf Schadstoffe*

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 5492, *Sensorische Analyse — Vokabular*

DIN EN ISO 8589, *Sensorische Analyse — Allgemeiner Leitfaden für die Gestaltung von Prüfräumen*

DIN EN ISO 8199, *Wasserbeschaffenheit — Allgemeine Anleitung zur Zählung von Mikroorganismen durch Kulturverfahren*

DIN EN ISO 9169, *Luftbeschaffenheit — Definition und Ermittlung von Verfahrenskenngrößen einer automatischen Messeinrichtung*

DIN ISO 12219-1, *Innenraumluft von Straßenfahrzeugen — Teil 1: Gesamtfahrzeugprüfkammer — Spezifikation und Verfahren zur Bestimmung von flüchtigen organischen Verbindungen in der Fahrgastzelle*

DIN ISO 12219-2, *Innenraumluft von Straßenfahrzeugen — Teil 2: Screeningverfahren für die Bestimmung von flüchtigen organischen Verbindungen aus Fahrzeuginnenraumausstattungssteilen — Probenbeutel-Verfahren*

DIN ISO 12219-3, *Innenraumluft von Straßenfahrzeugen — Teil 3: Screeningverfahren für die Bestimmung von flüchtigen organischen Verbindungen aus Fahrzeuginnenraumausstattungssteilen — Mikroprüfkammer-Verfahren*

DIN ISO 12219-4, *Innenraumluft von Straßenfahrzeugen — Teil 4: Verfahren für die Bestimmung von flüchtigen organischen Verbindungen aus Fahrzeuginnenraumausstattungssteilen — Kleinprüfkammer-Verfahren*

DIN ISO 12219-5, *Innenraumluft von Straßenfahrzeugen — Teil 5: Screeningverfahren für die Bestimmung der Emissionen flüchtiger organischer Verbindungen aus Fahrzeuginnenraumausstattungssteilen — Statisches Prüfkammer-Verfahren*

DIN ISO 12219-6, *Innenraumluft von Straßenfahrzeugen — Teil 6: Verfahren für die Bestimmung von schwerflüchtigen organischen Verbindungen aus Fahrzeuginnenraumausstattungssteilen bei höheren Temperaturen — Kleinprüfkammer-Verfahren*

DIN ISO 12219-7, *Innenraumluft von Straßenfahrzeugen — Teil 7: Geruchsbestimmung in der Innenraumluft von Straßenfahrzeugen und der Emissionsprüfkammerluft von Bestandteilen der Innenausstattung durch olfaktorische Messungen*

DIN ISO 12219-8, *Innenraumluft von Straßenfahrzeugen — Teil 8: Handhabung und Verpacken von Materialien und Komponenten für Emissionsprüfungen*

DIN ISO 12884, *Außenluft — Bestimmung der Summe gasförmiger und partikelgebundener polycyclischer aromatischer Kohlenwasserstoffe — Probenahme auf Filtern mit nachgeschalteten Sorbenzien und anschließender gaschromatographischer/massenspektrometrischer Analyse*

DIN EN 14412, *Innenraumluftqualität — Passivsammler zur Bestimmung der Konzentrationen von Gasen und Dämpfen — Anleitung zur Auswahl, Anwendung und Handhabung*

DIN EN ISO 16017-1, *Innenraumluft, Außenluft und Luft am Arbeitsplatz — Probenahme und Analyse flüchtiger organischer Verbindungen durch Sorptionsröhrchen/thermische Desorption/Kapillar-Gaschromatographie — Teil 1: Probenahme mit einer Pumpe*

DIN EN ISO 16017-2, *Innenraumluft, Außenluft und Luft am Arbeitsplatz — Probenahme und Analyse flüchtiger organischer Verbindungen durch Sorptionsröhrchen/thermische Desorption/Kapillar-Gaschromatographie — Teil 2: Probenahme mit Passivsammlern*

DIN ISO 16362, *Außenluft — Bestimmung partikelgebundener aromatischer Kohlenwasserstoffe mit Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie*

DIN EN ISO/IEC 17025, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien*

VDI 2464 Blatt 1, *Messen von Immissionen — Messen von Innenraumluft — Messen von polychlorierten Biphenylen (PCB) — GC/MS-Verfahren für PCB 28, 52, 101, 138, 153, 180*

VDI 2464 Blatt 2, *Messen von Immissionen — Messen von Innenraumluft — Messen von polychlorierten Biphenylen (PCB) — HR-GC/HR-MS-Verfahren für komplanare PCB*

VDI 2464 Blatt 3, *Messen von Immissionen — Messen von Innenraumluft — Messen von polybromierten Diphenylethern, Hexabromcyclododecan und Hexabrombenzol mit GC/MS*

VDI 3484 Blatt 1, *Messen von gasförmigen Immissionen — Messen von Innenraumluftverunreinigungen — Messen von Prüfgasen — Bestimmung der Formaldehydkonzentration nach dem Sulfit-Pararosanilin-Verfahren*

VDI 3484 Blatt 2, *Messen von gasförmigen Immissionen — Messen von Innenraumluftverunreinigungen — Bestimmung der Formaldehydkonzentration nach der Acetylaceton-Methode*

VDI 3498 Blatt 1, *Messen von Immissionen — Messen von Innenraumluft — Messen von polychlorierten Dibenzo-p-dioxinen und Dibenzofuranen — Verfahren mit großem Filter*

VDI 3498 Blatt 2, *Messen von Immissionen — Messen von Innenraumluft — Messen von polychlorierten Dibenzo-p-dioxinen und Dibenzofuranen — Verfahren mit kleinem Filter*

VDI 4252 Blatt 2, *Erfassen luftgetragener Mikroorganismen und Viren in der Außenluft — Aktive Probenahme von Bioaerosolen — Abscheidung von luftgetragenen Schimmelpilzen auf Gelatine/Polycarbonat-Filtern*

VDI 4253 Blatt 2, *Erfassen luftgetragener Mikroorganismen und Viren in der Außenluft — Verfahren zum kulturellen Nachweis der Schimmelpilzkonzentrationen in der Luft — Indirektes Verfahren nach Probenahme auf Gelatine/Polycarbonat-Filtern*

VDI 4300 Blatt 1, *Messen von Innenraumluftverunreinigungen — Allgemeine Aspekte der Messstrategie*

VDI 4300 Blatt 2, *Messen von Innenraumluftverunreinigungen — Messstrategie für polycyclische aromatische Kohlenwasserstoffe (PAH), polychlorierte Dibenzo-p-dioxine (PCDD), polychlorierte Dibenzofurane (PCDF) und polychlorierte Biphenyle (PCB)*

VDI 4300 Blatt 4, *Messen von Innenraumluftverunreinigungen — Messstrategie für Pentachlorphenol (PCP) und γ -Hexachlorcyclohexan (Lindan) in der Innenraumluft*

VDI 4300 Blatt 7, *Messen von Innenraumluftverunreinigungen — Bestimmung der Luftwechselzahl in Innenräumen*

VDI 4300 Blatt 9, *Messen von Innenraumluftverunreinigungen — Messstrategie für Kohlendioxid (CO₂)*

VDI 4300 Blatt 11, *Messen von Innenraumluftverunreinigungen — Messstrategie für die Erfassung von luftgetragenen Partikeln im Innenraum — PM_{2,5}-Fraktion*

VDI 4301 Blatt 1, *Messen von Innenraumluftverunreinigungen — Messen der Stickstoffdioxidkonzentration — Manuelles photometrisches Verfahren (Saltzman)*

VDI 4301 Blatt 2, *Messen von Innenraumluftverunreinigungen — Messen von Pentachlorphenol (PCP) und γ -Hexachlorcyclohexan (Lindan) — GC/MS-Verfahren*

VDI 4301 Blatt 3, *Messen von Innenraumluftverunreinigungen — Messen von Pentachlorphenol (PCP) und γ -Hexachlorcyclohexan (Lindan) — GC/ECD-Verfahren*

VDI 4301 Blatt 4, *Messen von Innenraumluftverunreinigungen — Messen von Pyrethroiden und Piperonylbutoxid in Luft*

VDI 4301 Blatt 5, *Messen von Innenraumluftverunreinigungen — Messen von Flammenschutzmitteln und Weichmachern auf Basis phosphororganischer Verbindungen — Phosphorsäureester*

VDI 4301 Blatt 6, *Messen von Innenraumluftverunreinigungen — Messen von Phthalaten mit GC/MS*

VDI 2464 Blatt 4, *Messen von Immissionen — Messen von Innenraumluft — Messen von persistenten halogenorganischen Verbindungen (POP) mit GC/HRMS*

VDI 4302 Blatt 1, *Geruchsprüfung von Innenraumluft und Emissionen aus Innenraummaterialien — Grundlagen*

Folgende VDI-Richtlinien sind in Vorbereitung:

VDI 4300 Blatt 12, *Messen von Innenraumluftverunreinigungen — Messstrategie und Bestimmung von ultrafeinen Partikeln*

VDI 4301 Blatt 7, *Messen von Innenraumluftverunreinigungen — Messen von Carbonsäuren*

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung von Nationalen Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird normalerweise von ISO Technischen Komitees durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale Organisationen, staatlich und nicht-staatlich, in Liaison mit ISO, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) bei allen elektrotechnischen Themen zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokumentes angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Im Besonderen sollten die für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten notwendigen Annahmekriterien beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokumentes Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der empfangenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname wird als Information zum Nutzen der Anwender angegeben und stellt keine Anerkennung dar.

Eine Erläuterung zum freiwilligen Charakter von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen, sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, enthält der folgende Link: www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technische Komitee ISO/TC 146 „Air quality“, Unterkomitee SC 6 „Indoor air“ erarbeitet.

Eine Auflistung aller Teile der Normenreihe ISO 16000 ist auf der ISO-Webseite abrufbar.

Einleitung

In den unterschiedlichen Teilen der ISO 16000 sind allgemeine Anforderungen an die Messung von Innenraumluftverunreinigungen sowie die für die einzelnen Stoffe bzw. Stoffgruppen wichtigen Randbedingungen festgelegt, die vor oder während der Messung zu beachten sind. Weiterhin werden auch die Messverfahren selber behandelt (siehe Vorwort).

Die Definition des Innenraumes ist ISO 16000-1 zu entnehmen: Wohnungen [Wohn-, Schlaf-, Bastel-, Sport- und Kellerräume, Küchen und Badezimmer], Arbeitsräume bzw. Arbeitsplätze in Gebäuden, die nicht im Hinblick auf Luftschadstoffe Gesundheits- und Sicherheitsinspektionen unterliegen (z. B. Büros, Verkaufsräume), öffentliche Gebäude (z. B. Gaststätten, Theater, Kinos und andere Veranstaltungsräume) sowie die Fahrgasträume von Kraftfahrzeugen und öffentlichen Verkehrsmitteln gehören zu den wichtigsten Arten von Innenräumen.

Phthalate, die Diester der ortho-Phthalsäure (1,2-Benzoldicarbonsäure), werden aus täglichen Gebrauchsgegenständen, die aus Weich-Polyvinylchlorid (PVC) bestehen, in die Innenraumluft emittiert. Üblicherweise werden Phthalate als Weichmacher in Weich-PVC eingesetzt. Die fünf am häufigsten eingesetzten Phthalate sind: Di-iso-decylphthalat (DiDP), Di-iso-nonylphthalat (DiNP), Di(2-ethylhexyl)-phthalat (DEHP), Di-n-butyl-phthalat (DBP) und Benzyl-n-butyl-phthalat (BBP). Eine Übersicht zu den wichtigsten Phthalaten, ihren Abkürzungen und mehreren wichtigen Substanzeigenschaften wird in Tabelle A.1 wiedergegeben. Diese Phthalate können in Innenräumen mithilfe der in diesem Teil der ISO 16000 spezifizierten analytischen Verfahren mittels Gaschromatographie/Massenspektrometrie bestimmt werden.

1 Anwendungsbereich

In diesem Standard werden Anforderungen an die Probenahme und die Analyse von Phthalaten in der Innenraumluft festgelegt. Weiterhin werden die Probenahme und die Analyse von Phthalaten im Hausstaub und in Lösemittelwischproben von Oberflächen mittels Gaschromatographie-Massenspektrometrie beschrieben.

Für die Innenraumluft werden zwei alternative Probenahme- und Aufbereitungsverfahren festgelegt, deren Vergleichbarkeit in einem Ringversuch belegt wurde. [4] Die Probenahme kann auf Adsorptionsröhrchen erfolgen, die anschließend mit Thermodesorption aufbereitet und mittels GC-MS analysiert werden. Alternativ kann die Probenahme durch Adsorption auf anderweitigen Sorbenzien erfolgen, die anschließend mittels Lösemittelextraktion und GC-MS analysiert werden.

Im Hausstaub, können, abhängig von der Probenahmetechnik, die Verbindungen Dimethylphthalat bis Diisoundecylphthalat analysiert werden, wie in Anhang C festgelegt [8]. Die Untersuchung von Hausstaubproben ist ausschließlich als Screeningverfahren geeignet. Sie liefert nur orientierende Werte und ist nicht zur abschließenden Bewertung eines möglichen Handlungsbedarfes geeignet.

In den Lösemittelwischproben können, wie im informativen Anhang B festgelegt, Dimethylphthalat bis Diisoundecylphthalat analysiert werden. Lösemittelwischproben sind für eine nicht-quantitative Quellensuche geeignet.

ANMERKUNG Das Verfahren ist prinzipiell auch für die Analyse von anderen Phthalaten, Adipaten und Cyclohexandicarbonsäureestern geeignet. Die Eignung ist aber durch die Ermittlung von Verfahrenskenngrößen in jedem Fall zu belegen.

Allgemeine Informationen zu Phthalaten können Anhang A entnommen werden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 16000-6:2011, *Indoor air — Part 6: Determination of volatile organic compounds in indoor and test chamber air by active sampling on Tenax[®] TA sorbent, thermal desorption and gas chromatography using MS or MS-FID*

3 Begriffe

Es werden keine Begriffe in diesem Dokument angegeben.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen zur Verfügung:

- ISO Online Browsing Platform: unter <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: unter <http://www.electropedia.org/>

4 Probenahmeverfahren und analytische Geräte

4.1 Allgemeines

Die Probenahme der Innenraumluft erfolgt entweder durch Adsorption auf mit Quarzwolle oder Tenax® TA¹⁾ gefüllten Thermodesorptionsröhrchen oder auf Sorbenzien, wie Florisil®²⁾ mit anschließender Lösemittlextraktion [4][5]. Die zur Lösemittlextraktion eingesetzten Lösemittelvolumina sollten möglichst gering gehalten werden, um die Blindwertproblematik zu minimieren. Alle verwendeten Geräte und Betriebsmittel sollten von hinreichender Reinheit, d. h. ohne nachweisbare Mengen der zu untersuchenden Verbindungen, sein.

Die Erfahrungen aus dem Ringversuch haben gezeigt, dass erhebliche Blindwertunterschiede durch das verwendete Lösemittel verursacht werden können. Daher muss eine Überprüfung jeder neuen Lösemittelflasche auf eine Phthalatkontamination vor Gebrauch erfolgen [4].

ANMERKUNG Die Erfahrungen des Ringversuchs haben gezeigt, dass ein Ausspülen mit blindwertfreiem Lösemittel (keine nachweisbaren Phthalate) ausreichend ist, um die Kontaminationen aus den Apparaturen zu entfernen, und dass eine Reinigung durch Ausglühen mit anschließender Deaktivierung der ausgeheizten Glasgeräte nicht zwingend erforderlich ist.

Bei der Probenahme der Innenraumluft muss die ubiquitäre Verbreitung der Phthalate berücksichtigt werden um eine Kontamination der Probe zu vermeiden. Die zu beachtenden Maßnahmen zur Minimierung der Blindwerte sowie die Vor- und Nachteile der einzelnen Verfahren sind in den jeweiligen Abschnitten ausführlich dargestellt. Weitere Hinweise zur Qualitätssicherung und Blindwertproblematik, die grundsätzlich beachtet werden müssen, sind in Abschnitt 10 aufgeführt.

4.2 Probenahme durch Adsorption mit anschließender Thermodesorption

Es sind die in ISO 16000-6 festgelegten Geräte, Reagenzien und Materialien (einschließlich der im informativen Anhang über semi-flüchtige Verbindungen gelisteten) mit den folgenden zusätzlichen spezifischen Anforderungen zu verwenden:

4.2.1 Geräte, Betriebsmittel und Chemikalien

4.2.1.1 Thermodesorptionsröhrchen, Röhrchen aus Edelstahl, inert-beschichtetem Stahl oder Glas, befüllt mit einem fixierten 1 cm dicken, lose gepackten Quarzwollpfropfen und einem sich anschließendem Sorbens, mindestens 200 mg, z. B. Tenax® TA,¹⁾ (siehe ISO 16000-6:2011, Anhang D).

4.2.1.2 Probenahmesystem nach Bild 1

4.2.1.3 Pumpe, geeignet für einen Volumenstrom im Bereich 50 ml/min bis 200 ml/min unter Probenahmebedingungen; empfohlenes Probenahmenvolumen etwa 20 l bis etwa 70 l.

4.2.1.4 Gasvolumenmessgerät, die maximale Messunsicherheit darf 5 % nicht überschreiten.

4.2.1.5 Laborausstattung zur Probenahme, Hygrometer, Thermometer, Barometer.

1) Tenax® TA ist die Herstellerbezeichnung des Produktes, hergestellt von Buchem BV. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieser Internationalen Norm und bedeutet keine Anerkennung des genannten Produktes durch ISO. Gleichwertige Produkte dürfen verwendet werden, wenn sie nachweisbar zu identischen Ergebnissen führen.

2) Florisil® ist die Herstellerbezeichnung des Produktes, hergestellt von U.S. Silica, Inc. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieser Internationalen Norm und bedeutet keine Anerkennung des genannten Produktes durch ISO. Gleichwertige Produkte dürfen verwendet werden, wenn sie nachweisbar zu identischen Ergebnissen führen.

4.2.1.6 Interne Standards, werden benötigt als qualitätssichernde Maßnahme für das gesamte analytische Verfahren einschließlich der Probenahme; geeignete Beispiele enthalten: die ringdeutერიerten Verbindungen D4-DMP, D4-DEP, D4-DBP, D4-BBP, D4-DEHP, D4-DOP sowie das nicht-deutერიerte Diallylphthalat (DAIP), siehe Abschnitt 5 und Tabelle 3. Die Standards müssen, wie in ISO 16000-6 festgelegt, in phthalat-freiem Methanol so angesetzt werden, dass eine maximale Injektion von 1 µl die gleiche Masse des Analyten auf das Probenahmeende der Probenahmeröhrchen aufbringt, die voraussichtlich während der Probenahme gesammelt wird.

4.2.1.7 Thermodesorptionseinheit, gekoppelt mit GC/MS für die zweistufige thermische Desorption der Sorptionsröhrchen und den Transfer der desorbierten Dämpfe mithilfe eines Inertgasstroms in einen Gaschromatographen (GC), der mit einem Massenspektrometer (MS) als Detektor ausgerüstet ist.

ANMERKUNG Als Adsorptionsmittel kann nach entsprechender Verfahrensvalidierung auch deaktivierte (silaniserte) Glaswolle oder Quarzwolle eingesetzt werden.

4.2.2 Vorbereitung der Thermodesorptionsröhrchen

Die Verwendung von Tenax® TA¹⁾-Röhrchen mit Quarzwolle setzt die Kenntnis der ISO 16000-6 voraus. Die vorbereiteten und vorkonditionierten Sorptionsröhrchen sind kommerziell erhältlich. Sie können auch selbst im Laboratorium wie folgt gepackt werden:

Ein lockergestopfter Quarzwollpfropfen, üblicherweise mit einem Edelstahlgewebe fixiert, wird an einem Ende des Röhrchens eingesetzt und die benötigte Masse des Sorbens hinter dem Quarzwollpfropfen eingefüllt. Zur anschließenden Fixierung des Sorbens wird üblicherweise ein weiterer Quarzwollpfropfen oder ein Edelstahlgewebe hinter dem Sorbens platziert.

Zur Sicherstellung der Sorptionskapazität müssen mindestens 200 mg an Sorbens je Thermodesorptionsröhrchen eingesetzt werden.

ANMERKUNG In ISO 16017-1:2000, Anhang B ist die Bestimmung des Durchbruchvolumens festgelegt. Die Durchbruchvolumina sind proportional zu den Maßen und zu den Massen an Sorbens. Als Faustregel gilt, dass sich das Sicherheitsprobenahmevolumen verdoppelt, wenn die Bettlänge des Sorbens (unter Beibehaltung des Röhrchendurchmessers) verdoppelt wird.

Nach dem Befüllen der Thermodesorptionsröhrchen (z. B. mit Tenax® TA¹⁾) werden diese etwa 8 h bei 280 °C und anschließend etwa 30 min bei 300 °C im Inertgasstrom (100 ml/min) konditioniert. Die gereinigten Sorptionsröhrchen werden verschlossen und in einem Behälter, der Kontaminationen der Probe verhindert, bei Raumtemperatur im Dunkeln gelagert.

Eine repräsentative Anzahl an konditionierten Röhrchen ist unter Verwendung der gleichen Messparameter zur Bestimmung des Blindwertes zu analysieren um sicherzustellen, dass der Blindwert nach der thermischen Desorption ausreichend klein ist (siehe ISO 16000-6:2011, 7.1).

Die Probenahme sollte so schnell wie möglich nach der Konditionierung erfolgen. Ist eine Probenahme nicht innerhalb von etwa 14 Tagen nach der Konditionierung möglich, so muss vor der Probenahme eine erneute Kurz-konditionierung über etwa 15 min bei ungefähr 300 °C durchgeführt werden. Um Kontaminationen zu vermeiden, sollten die Thermodesorptionsröhrchen nur mit Baumwollhandschuhen berührt werden; weiterhin sollte das Etikettieren unterbleiben.

Bei der thermischen Desorptionseinheit sollte sichergestellt sein, dass eine Kontamination durch externe Röhrchenoberflächen vom analytischen Probenfluss ausgeschlossen ist. Wenn das gewählte System dies nicht sicherstellt, dürfen die Röhrchen sowohl im Feld als auch im Labor nur mit sauberen Baumwollhandschuhen angefasst werden um Kontaminationen zu minimieren.

Die Röhrchen sollten unauslöschlich und individuell etikettiert werden. Es dürfen keine Etiketten verwendet werden, die selbstklebend sind und sich während der thermischen Desorption verfärben oder stören.

4.2.3 Probenahme

Vor der Probenahme werden die konditionierten Thermodesorptionsröhrchen mit maximal 1 µl der internen Standardlösung in Methanol dotiert (z. B. 20 ng/µl bei einem Probenahmenvolumen von 50 l; die Absolutmasse an dotiertem Standard ist abhängig vom Probenahmenvolumen und dem Arbeitsbereich des Verfahrens). Üblicherweise wird die Standardlösung auf der der Strömung zugewandten Seite des Sorbens aufgebracht.

Die Probenahmeapparatur wird nach Bild 1 zusammengebaut und muss frei von Leckagen sein. Die Pumpe wird mit Polyethylen- oder PTFE-Verbindungen an die der Probenahme abgewandten Seite des Sorptionsröhrchens angeschlossen und eingeschaltet. Ist das Durchbruchsvolumen der zu analysierenden Phthalate nicht bekannt, müssen zwei hintereinander geschaltete Sorptionsröhrchen verwendet werden. Diese müssen mit einer phthalatfreien Kupplung verbunden werden.

Der Volumenstrom sowie die Temperatur, der absolute Luftdruck und die relative Luftfeuchte müssen protokolliert werden. Geeignete Probenahmenvolumenströme liegen im Bereich von 50 ml/min bis 200 ml/min. Dies entspricht einem empfohlenen Probenahmenvolumen von etwa 20 l bis 70 l bei einer Probenahmedauer von etwa 2 h bis 24 h. Nach der Probenahme wird das Sorptionsröhrchen aus der Probenahmeapparatur genommen. Beide Enden des Sorptionsröhrchens müssen verschlossen werden.

Zur Sicherheit wird jeweils eine doppelte Probenahme der Innenraumluft empfohlen.

Die beaufschlagten Sorptionsröhrchen müssen so schnell wie möglich zur Analyse ins Laboratorium transportiert werden.

4.3 Probenahme durch Adsorption mit anschließender Lösemittlextraktion

4.3.1 Geräte, Betriebsmittel und Chemikalien

4.3.1.1 Probenahmesystem, siehe Bild 1.

4.3.1.2 Pumpe, geeignet für einen Volumenstrom von etwa 2 l/min unter den Bedingungen der Probenahme; empfohlenes Probenahmenvolumen von etwa 1 m³ bis 3 m³ in 8 h bis 24 h.

4.3.1.3 Gasvolumenmessgerät, die maximale Messunsicherheit darf 5 % nicht überschreiten.

4.3.1.4 Muffelofen

4.3.1.5 Flache, hitzebeständige Abdampfschale, zum Ausheizen von Florisil®²⁾

4.3.1.6 Florisil®²⁾, 60 bis 100 mesh.

4.3.1.7 Glaswolle, silanisiert.

4.3.1.8 Glaskolben, mit Schraubdeckel und PTFE-Dichtung, 50 ml.

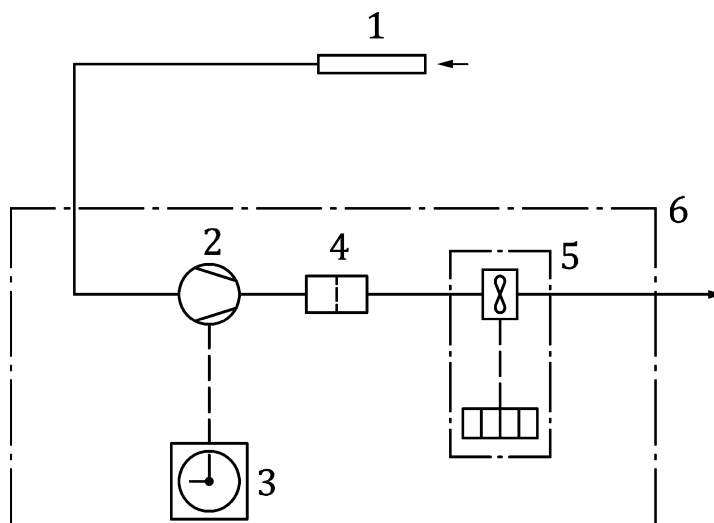
4.3.1.9 Adsorptionsröhrchen, Glasrohr, ungefähr 200 mm lang, Innendurchmesser etwa 10 mm bis 12 mm.

4.3.1.10 Laborausstattung zur Probenahme, Hygrometer, Thermometer, Barometer.

4.3.1.11 Lösemittel, z. B. Tertiär-Butylmethylether (TBME) oder Toluol, blindwertfrei (das Lösemittel muss auf Abwesenheit von Phthalatblindwerten geprüft werden).

4.3.1.12 Interne Standards, geeignet sind z. B. die ringdeutierten Verbindungen D4-DMP, D4-DEP, D4-DBP, D4-BBP, D4-DEHP, D4-DOP sowie das nicht-deuterte Diallylphthalat (DAIP), siehe Abschnitt 5 und Tabelle 3.

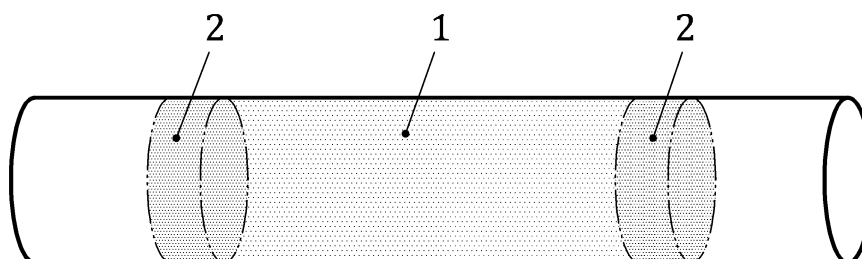
4.3.1.13 GC-MS, gaschromatographisches (GC)-System, ausgerüstet mit einem Massenspektrometer (MS) als Detektor.



Legende

- 1 Probenahmeröhrchen
- 2 Membranvakuumpumpe
- 3 Zeitschaltuhr (optional)
- 4 Abriebfester Filter
- 5 Volumenmesseinrichtung oder Massenflussregler
- 6 Schutzgehäuse

Bild 1 — Aufbauschema der Probenahmeeinrichtung



Legende

- 1 Florisil®2)
- 2 Glaswolle

Bild 2 — Befüllung des Glasröhrchens