

DIN EN ISO 22155

ICS 13.080.10

Ersatz für
DIN ISO 22155:2006-07

**Bodenbeschaffenheit –
Gaschromatographische Bestimmung flüchtiger aromatischer
Kohlenwasserstoffe, Halogenkohlenwasserstoffe und ausgewählter
Ether –
Statisches Dampfraum-Verfahren (ISO 22155:2011);
Deutsche Fassung EN ISO 22155:2013**

Soil quality –

Gas chromatographic determination of volatile aromatic and halogenated hydrocarbons
and selected ethers –

Static headspace method (ISO 22155:2011);

German version EN ISO 22155:2013

Qualité du sol –

Dosage des hydrocarbures aromatiques et halogénés volatils et de certains éthers par
chromatographie en phase gazeuse –

Méthode par espace de tête statique (ISO 22155:2011);

Version allemande EN ISO 22155:2013

Gesamtumfang 28 Seiten

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN

Nationales Vorwort

Der Text von ISO 22155:2011 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 190 „Soil quality“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als EN ISO 22155:2013 durch das Technische Komitee CEN/TC 345 „Charakterisierung von Böden“ übernommen, dessen Sekretariat vom NEN (Niederlande) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Gremium ist der Unterausschuss NA 119-01-02-02 UA „Chemische und physikalische Verfahren“ des Arbeitsausschusses NA 119-01-02-02 AA „Abfall- und Bodenuntersuchungen“ im Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN.

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 5725-5	siehe	DIN ISO 5725-5
ISO 10301	siehe	DIN EN ISO 10301
ISO 10381-1	siehe	DIN ISO 10381-1
ISO 10381-2	siehe	DIN ISO 10381-2
ISO 11465	siehe	DIN ISO 11465
ISO 14507	siehe	DIN ISO 14507
ISO 15009	siehe	DIN ISO 15009
ISO 15680	siehe	DIN EN ISO 15680
ISO 18512	siehe	DIN ISO 18512
ISO 22892	siehe	DIN EN ISO 22892

Änderungen

Gegenüber DIN ISO 22155:2006-07 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Ringversuchsergebnisse ergänzt;
- b) Validierung für den Pfad Boden - Mensch ergänzt (Anhang D).

Frühere Ausgaben

DIN ISO 22155: 2006-07

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 10301, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung leichtflüchtiger halogener Kohlenwasserstoffe — Gaschromatographische Verfahren*

DIN EN ISO 15680, *Wasserbeschaffenheit — Gaschromatographische Bestimmung einer Anzahl monocyclischer aromatischer Kohlenwasserstoffe, Naphthalin und einiger chlorierter Substanzen mittels Purge-und-Trap-Anreicherung und thermischer Desorption*

DIN EN ISO 22892, *Bodenbeschaffenheit — Anleitungen für die Identifizierung von Zielverbindungen durch Gaschromatographie und Massenspektrometrie*

DIN ISO 5725-5, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnisse — Teil 5: Alternative Methoden für die Ermittlung der Präzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

DIN ISO 10381-1, *Bodenbeschaffenheit — Probenahme — Teil 1: Anleitung zur Aufstellung von Probenahme-programmen*

DIN ISO 10381-2, *Bodenbeschaffenheit — Probenahme — Teil 2: Anleitung für Probenahmeverfahren*

DIN ISO 11465, *Bodenbeschaffenheit — Bestimmung der Trockensubstanz und des Wassergehalts auf Grundlage der Masse — Gravimetrisches Verfahren*

DIN ISO 14507, *Bodenbeschaffenheit — Probenvorbehandlung für die Bestimmung von organischen Verunreinigungen in Böden*

DIN ISO 15009, *Bodenbeschaffenheit — Gaschromatographische Bestimmung des Anteils an flüchtigen aromatischen Kohlenwasserstoffen, Naphthalin und flüchtigen Halogenkohlenwasserstoffen — Thermische Desorption nach Ausblasen und Sammeln auf einem Adsorbens*

DIN ISO 18512, *Bodenbeschaffenheit — Anleitung für die Lang- und Kurzzeitlagerung von Bodenproben*

— Leerseite —

Deutsche Fassung

Bodenbeschaffenheit —
Gaschromatographische Bestimmung flüchtiger aromatischer
Kohlenwasserstoffe, Halogenkohlenwasserstoffe und
ausgewählter Ether —
Statisches Dampfraum-Verfahren
(ISO 22155:2011)

Soil quality —
Gas chromatographic determination of volatile aromatic
and halogenated hydrocarbons and selected ethers —
Static headspace method
(ISO 22155:2011)

Qualité du sol —
Dosage des hydrocarbures aromatiques et
halogénés volatils et de certains éthers par
chromatographie en phase gazeuse —
Méthode par espace de tête statique
(ISO 22155:2011)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 5. Februar 2013 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum des CEN-CENELEC oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, der ehemaligen jugoslawischen Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

Management-Zentrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

Inhalt

Seite

Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Kurzbeschreibung	5
4 Reagenzien	5
5 Geräte	8
6 Probenahme, Konservierung und Vorbehandlung der Proben	9
6.1 Allgemeines	9
6.2 Probenahme mit Methanol gefüllten Fläschchen	9
6.3 Probenahme mittels Kernbohrung	10
7 Durchführung	10
7.1 Blindwertbestimmung	10
7.2 Extraktion	10
7.3 Dampfraum-Analyse	10
7.4 Gaschromatographische Analyse	11
8 Berechnung	13
8.1 Berechnung der Konzentration einer flüchtigen Verbindung in der Wasserprobe	13
8.2 Berechnung der Konzentration einer flüchtigen Verbindung in der Bodenprobe	14
9 Angabe der Ergebnisse	14
10 Präzision	14
11 Prüfbericht	14
Anhang A (informativ) Relative Retentionszeiten, bezogen auf Ethylbenzol-D10, für flüchtige aromatische Kohlenwasserstoffe und Halogenkohlenwasserstoffe	15
Anhang B (normativ) Prüfung von internen Standards	17
Anhang C (informativ) Validierung (allgemein)	18
Anhang D (informativ) Validierung für den Pfad Boden — Mensch	21
Literaturhinweise	24

Vorwort

Der Text von ISO 22155:2011 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 190 „Soil Quality“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als EN ISO 22155:2013 durch das Technische Komitee CEN/TC 345 „Charakterisierung von Böden“ übernommen, dessen Sekretariat vom NEN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis August 2013, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis August 2013 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN [und/oder CENELEC] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 22155:2011 wurde vom CEN als EN ISO 22155:2013 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein statisches Dampfraumverfahren für die gaschromatographische quantitative Bestimmung flüchtiger aromatischer Kohlenwasserstoffe, Halogenkohlenwasserstoffe und ausgewählter aliphatischer Ether in Böden fest.

Diese Internationale Norm ist auf alle Bodenarten anwendbar.

Die Bestimmungsgrenze hängt vom angewendeten Nachweissystem und von der Qualität des für die Extraktion der Bodenprobe verwendeten Methanols ab.

Unter den in dieser Internationalen Norm festgelegten Bedingungen gelten folgende Bestimmungsgrenzen (bezogen auf Trockensubstanz):

Bei Anwendung eines Gaschromatographen mit Flammenionisationsdetektor (GC/FID) liegt die typische Bestimmungsgrenze:

- bei 0,2 mg/kg für flüchtige aromatische Kohlenwasserstoffe;
- und bei 0,5 mg/kg für aliphatische Ether, wie Methyl-*tert*-Butylether (MTBE) und *tert*-Amylmethylether (TAME);

Bei Anwendung eines Gaschromatographen mit Elektroneneinfangdetektor (GC/ECD) liegt die typische Bestimmungsgrenze:

- bei 0,01 mg/kg bis 0,2 mg/kg für flüchtige Halogenkohlenwasserstoffe.

Niedrigere Bestimmungsgrenzen können durch Anwendung der Massenspektrometrie (MS) mit Einzelionennachweis erreicht werden (siehe Anhang D).

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente 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 10381-1:2002, *Soil quality — Sampling — Part 1: Guidance on the design of sampling programmes*

ISO 10381-2, *Soil quality — Sampling — Part 2: Guidance on the design of sampling techniques*

ISO 11465, *Soil quality — Determination of dry matter and water content on a mass basis — Gravimetric method*

ISO 15680, *Water quality — Gas-chromatographic determination of a number of monocyclic aromatic hydrocarbons, naphthalene and several chlorinated compounds using purge-and-trap and thermal desorption*

ISO 18512, *Soil quality — Guidance on long and short term storage of soil samples*

ISO 22892, *Soil quality — Guideline for the identification of target compounds by gas chromatography and mass spectrometry*

3 Kurzbeschreibung

Die Untersuchungsproben werden aus einer nicht vorbehandelten feldfrischen Bodenprobe entnommen. Um Verluste an flüchtigen Bestandteilen zu verhindern, werden die Proben im Gelände möglichst in ungestörter Lagerung mittels Rohrböhrer entnommen, oder das Methanol wird sofort im Gelände zugesetzt.

Die Untersuchungsprobe wird mit Methanol extrahiert. Eine Teilprobe des Methanolextrakts wird in ein Dampfraum-Probenfläschchen gegeben, das eine bestimmte Menge Wasser enthält, und das Fläschchen wird verschlossen. Um die festgelegten Gleichgewichtsbedingungen zu erreichen, wird die Temperatur der Probenfläschchen in einem Thermo­stattsyste­m im Bereich von 50 °C bis 80 °C stabilisiert. Die gaschromatographische Analyse der flüchtigen Verbindungen in der gasförmigen Phase, die sich mit dem Wasser in den Probenfläschchen im Gleichgewicht befinden, wird mit Hilfe von Dampf­raum­injektion und einer geeigneten Kapillarsäule durchgeführt. Die flüchtigen organischen Verbindungen werden mit Hilfe geeigneter Detektoren nachgewiesen, z. B. eines massenspektrometrischen Detektors (en: mass spectrometric detector, MS), eines Flammenionisationsdetektors (en: flame ionisation detector, FID), eines Elektroneneinfangdetektors (en: electron capture detector, ECD), eines Photoionisationsdetektors (en: photo ionisation detector, PID) oder eines elektrolytischen Leitfähigkeitsdetektors (en: electrolytic conductivity detector, ELCD).

Identifizierung und Quantifizierung erfolgen durch Vergleich der Retentionszeiten und der Peakhöhen (bzw. Peakflächen) anhand des zugegebenen internen Standards.

Bei Anwendung unspezifischer Detektoren, wie dem FID und dem ECD, sollte die Identität der nachgewiesenen Verbindungen und deren Konzentrationen durch Wiederholung der gaschromatographischen Analyse mit Hilfe einer Säule mit anderer Polarität bestätigt werden. Bei Anwendung der Gaschromatographie-Massenspektrometrie (GC/MS) können die Bestätigung der Identität und die mengenmäßige Bestimmung in einem einzigen Durchlauf erfolgen.

4 Reagenzien

Sämtliche Reagenzien müssen von anerkannter Analysenreinheit sein. Es ist nachzuweisen, dass die Reagenzien für diesen speziellen Zweck anwendbar und frei von störenden Verbindungen sind.

4.1 Wasser, frei von flüchtigen organischen Verbindungen. Verglichen mit der geringsten zu bestimmenden Konzentration sollten die Konzentrationen an störenden Verbindungen vernachlässigbar sein. Für die vollständige Behandlung jeder Analysencharge, einschließlich aller Vorbereitungen, sollte eine ausreichende Menge an Wasser aus jeweils derselben Charge zur Verfügung stehen.

4.2 Interne Standards

4.2.1 Zur Bestimmung flüchtiger aromatischer Kohlenwasserstoffe sind vorzugsweise zwei interne Standards auszuwählen, die nicht durch im Methanolextrakt vorliegende Verbindungen gestört werden bzw. diese stören.

Beispiele für geeignete interne Standards sind:

- Toluol-D8 (CAS-Nr.¹⁾ 2037-26-5);
- Ethylbenzol-D10 (CAS-Nr. 25837-05-2);
- 2-Bromfluorbenzol (CAS-Nr. 1072-85-1).

4.2.2 Zur Bestimmung flüchtiger Halogenkohlenwasserstoffe sind vorzugsweise zwei interne Standards auszuwählen, die nicht durch im Methanolextrakt vorliegende Verbindungen gestört werden bzw. diese stören.

Beispiele für geeignete interne Standards sind:

- 1,4-Dichlorbutan (CAS-Nr. 110-56-5);
- α,α,α -Trifluortoluol (CAS-Nr. 98-08-8);
- 2-Bromfluorbenzol (CAS-Nr. 1072-85-1).

1) CAS-RN: Chemical Abstracts System Registry Number