

DIN EN ISO 22155



ICS 13.080.10

Ersatz für
DIN EN ISO 22155:2013-05

**Bodenbeschaffenheit –
Gaschromatographische Bestimmung flüchtiger aromatischer
Kohlenwasserstoffe, Halogenkohlenwasserstoffe und ausgewählter Ether –
Statisches Dampfraum-Verfahren (ISO 22155:2016);
Deutsche Fassung EN ISO 22155:2016**

Soil quality –

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

Static headspace method (ISO 22155:2016);

German version EN ISO 22155:2016

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 22155:2016);

Version allemande EN ISO 22155:2016

Gesamtumfang 31 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 22155:2016) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 190 „Soil quality“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 345 „Charakterisierung von Böden“ erarbeitet, 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 AA „Abfall- und Bodenuntersuchungen“ im DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW).

Es ist erforderlich, bei den Arbeiten nach dieser Norm Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten.

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 EN 15934
ISO 14507	siehe DIN 19747
ISO 15009	siehe DIN EN 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 EN ISO 22155:2013-05 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) technische Angaben zum internen Standard präzisiert;
- b) redaktionelle Änderungen vorgenommen.

Frühere Ausgaben

DIN ISO 22155: 2006-07
DIN EN ISO 22155: 2013-05

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN 19747, *Untersuchung von Feststoffen — Probenvorbehandlung, -vorbereitung und -aufarbeitung für chemische, biologische und physikalische Untersuchungen*

DIN EN 15934, *Schlamm, behandelter Bioabfall, Boden und Abfall — Berechnung des Trockenmassenanteils nach Bestimmung des Trockenrückstands oder des Wassergehalts*

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

DIN EN ISO 15009, *Bodenbeschaffenheit — Gaschromatographische Bestimmung des Anteils an flüchtigen aromatischen Kohlenwasserstoffen, Naphthalin und flüchtigen Halogenkohlenwasserstoffen — Purge-und-Trap-Anreicherung mit thermischer Desorption*

DIN EN ISO 15680, *Wasserbeschaffenheit — Gaschromatographische Bestimmung einer Anzahl monocyklischer 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 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 22155:2016)

Soil quality —
Gas chromatographic determination of volatile aromatic
and halogenated hydrocarbons and selected ethers —
Static headspace method
(ISO 22155:2016)

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 22155:2016)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 23. Januar 2016 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

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

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort.....	3
Vorwort.....	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen.....	5
3 Kurzbeschreibung.....	6
4 Reagenzien.....	6
5 Geräte	10
6 Probenahme, Konservierung und Vorbehandlung der Proben	11
6.1 Allgemeines.....	11
6.2 Probenahme mit Methanol gefüllten Fläschchen.....	11
6.3 Probenahme mittels Kernbohrung.....	12
7 Durchführung	12
7.1 Blindwertbestimmung	12
7.2 Extraktion	12
7.3 Dampfraum-Analyse	13
7.4 Gaschromatographische Analyse	13
7.4.1 Allgemeines.....	13
7.4.2 Kalibrierung.....	14
7.4.3 Messung.....	15
8 Berechnung	16
8.1 Berechnung der Konzentration einer flüchtigen Verbindung in der Wasserprobe.....	16
8.2 Berechnung der Konzentration einer flüchtigen Verbindung in der Bodenprobe.....	16
9 Angabe der Ergebnisse.....	17
10 Präzision.....	17
11 Prüfbericht	17
Anhang A (informativ) Relative Retentionszeiten, bezogen auf Ethylbenzol-D10, für flüchtige aromatische Kohlenwasserstoffe und Halogenkohlenwasserstoffe — Beispiele für geeignete Target- und Qualifier-Ionen.....	18
Anhang B (normativ) Prüfung von internen Standards	20
Anhang C (informativ) Validierung (allgemein).....	21
Anhang D (informativ) Leistungskriterien.....	24
Literaturhinweise	27

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 22155:2016) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 190 „Soil quality“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 345 „Charakterisierung von Böden“ erarbeitet, 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 September 2016, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis September 2016 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.

Dieses Dokument ersetzt EN ISO 22155:2013.

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 22155:2016 wurde vom CEN als EN ISO 22155:2016 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

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 Dokuments 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 Dokuments 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 der Bedeutung ISO-spezifischer Benennungen und Ausdrücke, die sich auf Konformitätsbewertung beziehen, sowie Informationen über die Beachtung der Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) zu technischen Handelshemmnissen (TBT, en: Technical Barriers to Trade) durch ISO enthält der folgende Link: Foreword - Supplementary information.

Das für dieses Dokument verantwortliche Komitee ist ISO/TC 190, *Soil quality*, Subkomitee SC 3, *Chemical methods and soil characteristics*.

Diese dritte Ausgabe ersetzt die zweite Ausgabe (ISO 22155: 2011), die technisch überarbeitet wurde.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein statisches Dampfraumverfahren zur quantitativen gaschromatographischen Bestimmung flüchtiger aromatischer Kohlenwasserstoffe und Halogenkohlenwasserstoffe und ausgewählter aliphatischer Ether im Boden fest.

Diese Internationale Norm ist auf alle Bodenarten anwendbar.

Die Bestimmungsgrenze ist abhängig vom angewendeten Nachweissystem und von der Qualität des Methanols, mit dem die Bodenprobe extrahiert wird.

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:

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

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

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

Niedrigere Bestimmungsgrenzen für einige Verbindungen können durch Anwendung der Massenspektrometrie (MS) mit selektiver Ionendetektion erreicht werden (siehe Anhang D).

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 10381-1, *Soil quality — Sampling — Part 1: Guidance on the design of sampling programmes*

ISO 10381-2, *Soil quality — Sampling — Part 2: Guidance on 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 — Guidelines 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 Rohrbohrer 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 Thermo-System 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. Flüchtige organische Verbindungen werden mit geeigneten Detektoren nachgewiesen, wie massenspektrometrische Detektoren (en: mass spectrometric detector, MS), Flammenionisationsdetektor (en: flame ionization detector, FID), Elektronen-Einfang-Detektor (en: electron capture detector, ECD), Photo-Ionisationsdetektor (en: photo ionization detector, PID) oder elektrolytischer Leitfähigkeitsdetektor (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 Quantifizierung 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 interferierenden Verbindungen sind.

4.1 Wasser, frei von flüchtigen organischen Verbindungen

Wasser, frei von flüchtigen organischen Kontaminanten, muss vernachlässigbare Interferenzen, verglichen mit der geringsten zu bestimmenden Konzentration, zeigen. 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 aus Tabelle 1 auszuwählen. Sie dürfen nicht mit im Probenextrakt vorliegenden Verbindungen interferieren.

Tabelle 1 — Beispiele für geeignete interne Standards

Name der Verbindung	CAS-RN ^a	EC-N ^b
Toluol-D8	2037-26-5	218-009-5
Ethylbenzol-D10	25837-05-2	247-292-8
2-Bromfluorbenzol	1072-85-1	214-018-3
^a Chemical Abstracts Service Registry Number ^b EC-Nummer		