

DIN EN ISO 22155

ICS 13.080.10

Einsprüche bis 2014-12-03
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 22155:2013-05

Entwurf

**Bodenbeschaffenheit –
Gaschromatographische Bestimmung flüchtiger aromatischer
Kohlenwasserstoffe, Halogenkohlenwasserstoffe und ausgewählter
Ether –
Statisches Dampfraum-Verfahren (ISO/DIS 22155:2014);
Deutsche Fassung prEN ISO 22155:2014**

Soil quality –
Gas chromatographic determination of volatile aromatic and halogenated hydrocarbons
and selected ethers –
Static headspace method (ISO/DIS 22155:2014);
German version prEN ISO 22155:2014

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/DIS 22155:2014);
Version allemande prEN ISO 22155:2014

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2014-10-03 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und
Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses
Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an naw@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW), 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten
Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 29 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Nationales Vorwort

Der hiermit der Öffentlichkeit zur Stellungnahme vorgelegte europäische Norm-Entwurf ist die Deutsche Fassung des vom Technischen Komitee CEN/TC 345 „Charakterisierung von Böden“ (Sekretariat: NEN, Niederlande) des Europäischen Komitees für Normung (CEN) ausgearbeiteten Entwurfes prEN ISO 22155, der nach einem positiven Abstimmungsergebnis innerhalb der CEN-Mitglieder als Europäische Norm EN ISO 22155 in Deutsch, Englisch und Französisch herausgegeben wird.

Die nationalen Normenorganisationen sind verpflichtet, diese Europäische Norm dann vollständig und unverändert in ihr nationales Normenwerk zu übernehmen.

Die vorbereitenden Arbeiten wurden von der Arbeitsgruppe „Organic contaminants“ (WG 6) des ISO/TC 190/SC 3 durchgeführt, deren Federführung bei DIN (Sekretariat: Deutschland) liegt. 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).

Nach einer auf Basis der Wiener Vereinbarung durchgeführten Parallelabstimmung in ISO und CEN wird dieses Bestimmungsverfahren als Europäische Norm in das DIN-Normenwerk übernommen.

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.

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 — Thermische Desorption nach Ausblasen und Sammeln auf einem Adsorbens*

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

— Leerseite —

Bodenbeschaffenheit — Gaschromatographische Bestimmung flüchtiger aromatischer Kohlenwasserstoffe, Halogenkohlenwasserstoffe und ausgewählter Ether — Statisches Dampfraum-Verfahren (ISO/DIS 22155:2014)

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/DIS 22155:2014)

Soil quality — Gas chromatographic determination of volatile aromatic and halogenated hydrocarbons and selected ethers — Static headspace method (ISO/DIS 22155:2014)

ICS:

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokumentstufe: parallele Umfrage
Dokumentsprache: D

STD Version 2.5a

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Kurzbeschreibung	5
4 Reagenzien	5
5 Geräte.....	9
6 Probenahme, Konservierung und Vorbehandlung der Proben	10
6.1 Allgemeines	10
6.2 Probenahme mit Methanol gefüllten Fläschchen.....	10
6.3 Probenahme mittels Kernbohrung.....	11
7 Durchführung	11
7.1 Blindwertbestimmung	11
7.2 Extraktion	11
7.3 Dampfraum-Analyse	11
7.4 Gaschromatographische Analyse.....	12
8 Berechnung	14
8.1 Berechnung der Konzentration einer flüchtigen Verbindung in der Wasserprobe	14
8.2 Berechnung der Konzentration einer flüchtigen Verbindung in der Bodenprobe.....	15
9 Angabe der Ergebnisse.....	15
10 Präzision	15
11 Prüfbericht.....	15
Anhang A (informativ) Relative Retentionszeiten, bezogen auf Ethylbenzol-D10, für flüchtige aromatische Kohlenwasserstoffe und Halogenkohlenwasserstoffe.....	16
Anhang B (normativ) Prüfung von internen Standards	18
Anhang C (informativ) Validierung (allgemein)	19
Anhang D (informativ) Validierung für den Pfad Boden — Mensch.....	22
Literaturhinweise	25

Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 22155:2014) 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.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 22155:2014 wurde vom CEN als prEN ISO 22155:2014 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein statisches Dampfraumverfahren zur gaschromatographischen quantitativen Bestimmung flüchtiger aromatischer Kohlenwasserstoffe, 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 bei 0,2 mg/kg;
- und für aliphatische Ether, wie Methyl-*tert*-Butylether (MTBE) und *tert*-Amylmethylether (TAME) bei 0,5 mg/kg.

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

- für flüchtige Halogenkohlenwasserstoffe bei 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 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, *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 GC/MS identification of target compounds*

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 Thermostatsystem 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 ionisation detector, FID), Elektronen-Einfang-Detektor (en: electron capture detector, ECD), Photo-Ionisationsdetektor (en: photo ionisation 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 störenden Verbindungen sind.

4.1 Wasser, frei von flüchtigen organischen Verbindungen

Wasser, frei von flüchtigen organischen Kontaminanten. Verglichen mit der geringsten zu bestimmenden Konzentration müssen 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 aus Tabelle 1 auszuwählen. Sie dürfen nicht durch im Probenextrakt vorliegende Verbindungen gestört werden bzw. diese stören.

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		