

	Bodenbeschaffenheit Gaschromatographische Bestimmung des Gehalts an Mineralölkohlenwasserstoffen (ISO/DIS 16703:2001)	DIN ISO 16703
ICS 13.080.10	Einsprüche bis 2002-04-30 Entwurf Soil quality – Determination of mineral oil content by gas chromatography (ISO/DIS 16703:2001) Qualité du sol – Dosage des huiles minérales par chromatographie en phase gazeuse (ISO/DIS 16703:2001) Anwendungswarnvermerk Dieser Norm-Entwurf 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 als Datei per e-Mail an naw@din.de in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter http://www.din.de/stellungnahme abgerufen werden; – oder in Papierform an den Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V., 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin). Das internationale Schriftstück ISO/DIS 16703:2001 "Soil quality – Determination of mineral oil content by gas chromatography" wurde unverändert in diesen deutschen Norm-Entwurf übernommen. Nationales Vorwort Dieser internationale Norm-Entwurf wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 190 "Bodenbeschaffenheit" aufgestellt. Für Deutschland war der Arbeitsausschuss NAW I 2 "Boden- und Abfalluntersuchung" an der Bearbeitung beteiligt. Es ist erforderlich, bei den Arbeiten nach dieser Norm Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten. Für die in Abschnitt 2 zitierten Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen: ISO 8466-1 siehe DIN 38402-51 Fortsetzung Seite 2 bis 20 Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.	

ISO/DIS 10381-1	siehe DIN ISO 10381-1
ISO 11464	siehe DIN ISO 11464
ISO 11465	siehe DIN ISO 11465
ISO/FDIS 14507	siehe E DIN ISO 14507
ISO/FDIS 15009	siehe E DIN ISO 15009
prEN 14039	siehe E DIN EN 14039

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN 38402-51, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser und Schlammuntersuchung – Allgemeine Angaben (Gruppe A) – Kalibrierung von Analysenverfahren, Auswertung von Analyseergebnissen und lineare Kalibrierfunktionen für die Bestimmung von Verfahrenskenngrößen (A 51).*

DIN ISO 10381-1, *Bodenbeschaffenheit – Probenahme – Teil 1: Anleitung zur Aufstellung von Probenahmeprogrammen.*

DIN ISO 11464, *Bodenbeschaffenheit – Probenvorbehandlung für physikalisch-chemische Untersuchungen.*

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

E DIN ISO 14507, *Probenvorbehandlung für die Bestimmung von organischen Verunreinigungen in Böden.*

E DIN ISO 15009, *Bodenbeschaffenheit – Gaschromatographische Bestimmung des Anteils an flüchtigen aromatischen Kohlenwasserstoffen, Naphthalin und Halogenkohlenwasserstoffen – Thermisches Desorptionsverfahren mit Reinigungs- und Auffangschritt.*

DIN EN 14039, *Charakterisierung von Abfällen – Bestimmung des Gehalts an Kohlenwasserstoffen von C₁₀ bis C₄₀ mittels Gaschromatographie.*

Deutsche Übersetzung

Bodenbeschaffenheit

Gaschromatographische Bestimmung des Gehalts an
Mineralölkohlenwasserstoffen

Inhalt

	Seite
Vorwort.....	4
1 Anwendungsbereich.....	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe.....	6
4 Störungen	6
5 Prinzip	6
6 Reagenzien	6
7 Geräte.....	7
8 Probennahme, Probenkonservierung und -vorbehandlung.....	8
9 Durchführung	8
9.1 Blindwert,.....	8
9.2 Durchführung der Extraktion.....	8
9.3 Bestimmung durch Gaschromatographie.....	9
9.3.1 Prüfung des Leistungsvermögens des gaschromatographischen Systems	9
9.3.2 Prüfung der Wiederholbarkeit	9
9.3.3 Kalibrierung	9
9.3.4 Prüfung der Gültigkeit der Kalibrierfunktion	10
9.3.5 Messung	10
9.3.6 Integrationsparameter	10
9.3.7 Berechnung	10
9.4 Qualitätskontrolle	11
9.4.1 Geeignete Überprüfung der Vorreinigung.....	11
9.4.2 Überprüfung der Wiederfindung mit <i>n</i> -Tetrakontan.....	11
9.4.3 Proben für die Qualitätskontrolle.....	11
10 Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision).....	11
11 Prüfbericht.....	11
Anhang A (informativ) Beispiele für Gaschromatogramme von Mineralöl-Standardlösungen und Bodenproben	13
Anhang B (informativ) Bestimmung des Siedebereiches von Mineralöl aus dem Gaschromatogramm.....	17
Anhang C (informativ) Bestimmung des Gehalts an Mineralöl durch GC-FID Ergebnisse eines Ringversuchs	19

Vorwort

Die ISO (Internationale Organisation für Normung) ist die weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedskörperschaften). Die Erarbeitung Internationaler Normen obliegt den Technischen Komitees der ISO. Jede Mitgliedskörperschaft, die sich für ein Thema interessiert, für das ein Technisches Komitee eingesetzt wurde, ist berechtigt, in diesem Komitee mitzuarbeiten. Internationale (staatliche und nichtstaatliche) Organisationen, die mit der ISO in Verbindung stehen, sind an den Arbeiten ebenfalls beteiligt. Die ISO arbeitet bei allen Angelegenheiten der elektrotechnischen Normung eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Internationale Normen werden in Übereinstimmung mit den in den ISO/IEC Richtlinien, Teil 3, angegebenen Festlegungen erstellt.

Die von den Technischen Komitees verabschiedeten internationalen Norm-Entwürfe werden den Mitgliedskörperschaften zur Abstimmung vorgelegt. Die Veröffentlichung als Internationale Norm erfordert Zustimmung von mindestens 75% der abstimmenden Mitgliedskörperschaften.

Der Internationale Norm-Entwurf ISO 16703 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 190, *Bodenbeschaffenheit*, erarbeitet.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein Verfahren zur quantitativen Bestimmung des Mineralöl-(Kohlenwasserstoff-)gehalts in originalfeuchten Bodenproben durch Gaschromatographie fest.

Das Verfahren ist auf Mineralölgehalte zwischen 100 mg/kg und 1 000 mg/kg Boden, angegeben als Trockenmasse, anwendbar.

ANMERKUNG Falls niedrigere Nachweisgrenzen erforderlich sind, kann Petrolether als Extraktionsmittel in Verbindung mit einem großen Injektionsvolumen oder Konzentrierung des Endextraktes verwendet werden.

Mit diesem Verfahren werden sämtliche Kohlenwasserstoffe mit einem Siedebereich von 175 °C bis 525 °C, *n*-Alkane zwischen C₁₀H₂₂ bis C₄₀H₈₂, Isoalkane, Cycloalkane, Alkylbenzole, Alkyl-naphthaline und polycyclische aromatische Verbindungen als Mineralöl bestimmt.

Benzin, das Verbindungen mit weniger als zehn Kohlenstoffatomen (< C₁₀) enthält, kann mit diesem Verfahren nicht quantitativ bestimmt werden.

Auf der Grundlage des Peakmusters des Gaschromatogramms und der Siedepunkte der einzelnen *n*-Alkane, angeführt in Anhang B, können der ungefähre Siedebereich des Mineralöls und einige qualitative Angaben zur Zusammensetzung der Kontamination erhalten werden.

2 Normative Verweisungen

Diese Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen nur zu dieser Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation (einschließlich Änderungen).

ISO 8466-1:1990, *Water quality — Calibration and evaluation of analytical methods and estimation of performance characteristics — Part 1: Statistical evaluation of the linear calibration function*.

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

ISO TR 11046, *Soil quality — Determination of mineral oil content — Method by infrared spectrometry and gas chromatographic method*.

ISO 11464:1994, *Soil quality — Pretreatment of samples for physico-chemical analyses*.

ISO 11465:1993, *Soil quality — Determination of dry matter and water content on a mass basis — Gravimetric method*.

ISO/FDIS 14507, *Soil quality — Pretreatment of samples for determination of organic contaminants*.

ISO/FDIS 15009, *Soil quality — Gas chromatographic determination of the content of volatile aromatic hydrocarbons, naphthalene and halogenated hydrocarbons — Purge and trap method with thermal desorption*.

ISO/FDIS 9377-2:2000, *Water quality — Determination of hydrocarbon index — Part 2: Method using solvent extraction and gas chromatography*.

prEN 14039:2000, *Charakterisierung von Abfällen — Bestimmung des Gehalts an Kohlenwasserstoffen von C₁₀ bis C₄₀ mittels Gaschromatographie*.

3 Begriffe

Für die Anwendung dieser Norm gilt der folgende Begriff.

3.1

Mineralöl

die Summe der mit Aceton/*n*-Heptan (2 + 1) extrahierbaren Verbindungen, die nicht von Florisil adsorbiert werden und die auf einer unpolaren Kapillarsäule mit Retentionszeiten zwischen denen von *n*-Decan ($C_{10}H_{22}$) und *n*-Tetrakontan ($C_{40}H_{82}$) chromatographiert werden können

ANMERKUNG Substanzen, die dieser Definition entsprechen, sind hauptsächlich langkettige oder verzweigte aliphatische, alicyclische, polycyclische oder alkylierte aromatische Kohlenwasserstoffe.

4 Störungen

Unpolare und schwach polare Verbindungen (z. B. halogenierte Kohlenwasserstoffe) sowie ein hoher Gehalt an polaren Verbindungen können sich störend auf die Bestimmung auswirken.

5 Prinzip

Eine bekannte Menge der homogenisierten Bodenprobe wird mit Aceton/*n*-Heptan durch mechanisches Schütteln oder Ultraschall extrahiert, dann wird Wasser hinzugefügt und die organische Phase abgetrennt. Polare Verbindungen werden durch Adsorption an Florisil entfernt. Ein aliquoter Teil des gereinigten Extrakts wird mittels Kapillar-Gaschromatographie mit anschließender Flammenionisationsdetektion analysiert. Die gesamte Peakfläche in dem Bereich, der durch die Standards *n*-Decan und *n*-Tetrakontan begrenzt wird, wird gemessen und der Gehalt an Mineralöl in der Probe wird quantitativ mit Bezug auf einen externen Standard bestimmt, der gleiche Mengen von zwei verschiedenen Arten von Mineralöl enthält.

ANMERKUNG Anstelle von Heptan kann ein anderes unpolares Lösemittel (z. B. Petrolether, Cyclohexan, *n*-Hexan) verwendet werden, dessen Eignung für die Extraktion von Mineralöl aus Boden jedoch nachzuweisen ist.

6 Reagenzien

6.1 Im Allgemeinen müssen sämtliche Reagenzien analysenrein und für ihren spezifischen Verwendungszweck geeignet sein.

6.2 Aceton, $(CH_3)_2CO$;

6.3 Heptan, C_7H_{16} ;

6.4 Florisil, Teilchengröße 150 µm bis 250 µm (60 mesh bis 100 mesh), mindestens für die Dauer von 16 h bei 140 °C erhitzt und in einem Exsikkator über Molekularsieb aufbewahrt.

ANMERKUNG Im Handel erhältliche Kartuschen sind auch anwendbar.

6.5 Natriumsulfat, wasserfrei, (Na_2SO_4), mindestens für die Dauer von 2 h bei 550 °C erhitzt.

6.6 Stearylstearat-Prüflösung ($C_{36}H_{72}O_2$).

Etwa 100 g Stearylstearat werden in 100 ml *n*-Heptan (6.3) gelöst.

6.7 Standardlösung zur Festlegung des Retentionszeitfensters (retention time window, RTW), enthält *n*-Tetrakontan und *n*-Decan.