



SLOVENSKI STANDARD
oSIST prEN ISO 16558-2:2013
01-julij-2013

Kakovost tal - Naftni ogljikovodiki, ki predstavljajo tveganje - 2. del: Določevanje alifatskih in aromatskih frakcij polhlapnih naftnih ogljikovodikov s plinsko kromatografijo s plamensko ionizacijsko detekcijo (GC/FID) (ISO/DIS 16558-2:2013)

Soil quality - Risk-based petroleum hydrocarbons - Part 2: Determination of aliphatic and aromatic fractions of semi-volatile petroleum hydrocarbons using gas chromatography with flame ionisation detection (GC/FID) (ISO/DIS 16558-2:2013)

Bodenbeschaffenheit - Mineralölkohlenwasserstoffe für die Risikobeurteilung - Teil 2: Bestimmung aliphatischer und aromatischer Fraktionen schwerflüchtiger Mineralölkohlenwasserstoffe mittels Gaschromatographie mit Flammenionisationsdetektion (GC/FID) (ISO/DIS 16558-2:2013)

Qualité du sol - Hydrocarbures de pétrole à risque - Partie 2: Détermination des fractions aliphatiques et aromatiques des hydrocarbures de pétrole semi-volatiles par chromatographie en phase gazeuse avec détection d'ionisation de la flamme (ISO/DIS 16558-2:2013)

Ta slovenski standard je istoveten z: prEN ISO 16558-2

oSIST prEN ISO 16558-2:2013

en,fr,de

EUROPÄISCHE NORM
EUROPEAN STANDARD
NORME EUROPÉENNE

ENTWURF
prEN ISO 16558-2

Mai 2013

ICS 13.080.10

Deutsche Fassung

Bodenbeschaffenheit - Mineralölkohlenwasserstoffe für die
Risikobeurteilung - Teil 2: Bestimmung aliphatischer und
aromatischer Fraktionen schwerflüchtiger
Mineralölkohlenwasserstoffe mittels Gaschromatographie mit
Flammenionisationsdetektion (GC/FID) (ISO/DIS 16558-2:2013)

Soil quality - Risk-based petroleum hydrocarbons - Part 2:
Determination of aliphatic and aromatic fractions of semi-
volatile petroleum hydrocarbons using gas chromatography
with flame ionisation detection (GC/FID) (ISO/DIS 16558-
2:2013)

Qualité du sol - Hydrocarbures de pétrole à risque - Partie
2: Détermination des fractions aliphatiques et aromatiques
des hydrocarbures de pétrole semi-volatiles par
chromatographie en phase gazeuse avec détection
d'ionisation de la flamme (ISO/DIS 16558-2:2013)

Dieser Europäische Norm-Entwurf wird den CEN-Mitgliedern zur parallelen Umfrage vorgelegt. Er wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 345 erstellt.

Wenn aus diesem Norm-Entwurf eine Europäische Norm wird, sind die CEN-Mitglieder gehalten, die CEN-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.

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

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.

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

Warnvermerk : Dieses Schriftstück hat noch nicht den Status einer Europäischen Norm. Es wird zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt. Es kann sich noch ohne Ankündigung ändern und darf nicht als Europäischen Norm in Bezug genommen werden.



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

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

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	7
4 Störungen	7
5 Kurzbeschreibung	7
6 Reagenzien	8
7 Geräte.....	9
8 Probenahme, Konservierung und Vorbehandlung der Proben	10
9 Durchführung	10
9.1 Blindwert.....	10
9.2 Extraktion und Reinigung	11
9.2.1 Gesamt-Mineralölkohlenwasserstoffe	11
9.2.2 Trennung in aliphatische und aromatische Fraktionen	11
9.3 Gaschromatographische Bestimmung	12
9.3.1 Leistungsprüfung des gaschromatographischen Systems	12
9.3.2 Prüfung der Wiederholbarkeit	12
9.3.3 Kalibrierung	12
9.3.4 Gültigkeitskontrolle der Kalibrierfunktion	12
9.3.5 Messung	12
9.3.6 Integration	13
9.3.7 Berechnung des Gesamtgehalts an Mineralölkohlenwasserstoffe	13
9.3.8 Berechnung der einzelnen extrahierbaren Fraktionen	14
9.4 Qualitätskontrolle	14
9.4.1 Eignungsprüfung des Trennungsverfahrens	14
10 Angabe der Ergebnisse.....	14
11 Präzision	14
12 Prüfbericht.....	14
Anhang A (informativ) Beispiele für Gaschromatogramme des gesamten extrahierbaren Mineralölkohlenwasserstoffs und der aliphatischen und aromatischen Fraktionen in einer Standardlösungen und in Bodenproben	15
Anhang B (informativ) Bestimmung des Siedebereichs von Mineralölkohlenwasserstoffen aus dem Gaschromatogramm	17
Anhang C (informativ) Information zur Trennung von aliphatischen und aromatischen Fraktionen unter Verwendung von Kieselgel	18
Anhang D (informativ) Verfahrenskenndaten	21
Literaturhinweise	22

Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 16558-2:2013) 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 16558-2:2013 wurde vom CEN als prEN ISO 16558-2:2013 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[SIST-TS CEN ISO/TS 16558-2:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/780a348f-b6a2-4049-9f75-1445981eb422/sist-ts-cen-iso-ts-16558-2-2015)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/780a348f-b6a2-4049-9f75-1445981eb422/sist-ts-cen-iso-ts-16558-2-2015>

Einleitung

Die Internationale Norm ISO 11504 „Soil quality — Assessment of impact from soil contaminated with petroleum hydrocarbons“ schafft eine Grundlage für die Auswahl von Fraktionen und einzelnen Verbindungen bei der Durchführung der Analyse für Mineralölkohlenwasserstoffe (Petroleum-Kohlenwasserstoffe) in Böden, bodenähnlichen Materialien einschließlich Sedimenten. Sie gibt eine Anleitung für die entsprechende Anwendung der Analyseergebnisse bei der Risikobeurteilung. Dieser Teil der ISO 16558 legt Verfahren für die quantitative Bestimmung der entsprechenden Fraktionen von aliphatischen und aromatischen Verbindungen fest. Die in diesem Teil der ISO 16558 beschriebenen Verfahren beruhen auf vorhandenen Normen (Mineralöl (ISO 16703) und flüchtige Kohlenwasserstoffe (ISO 22155)). Diese Internationale Norm besteht aus zwei Teilen:

- *Part 1: Determination of aliphatic and aromatic fractions of volatile petroleum hydrocarbons using gas chromatography (static headspace method)*
- *Part 2: Determination of aliphatic and aromatic fractions of semi-volatile petroleum hydrocarbons using gas chromatography with flame ionisation detection (GC/FID)*

Die allgemeine Anwendung der und die Beziehung zwischen den beiden unterschiedlichen Teilen dieser Internationalen Norm ist in Bild 1 dargestellt.

iTeh Standards (<https://standards.iteh.ai>) Document Preview

[SIST-TS CEN ISO/TS 16558-2:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/780a348f-b6a2-4049-9f75-1445981eb422/sist-ts-cen-iso-ts-16558-2-2015)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/780a348f-b6a2-4049-9f75-1445981eb422/sist-ts-cen-iso-ts-16558-2-2015>

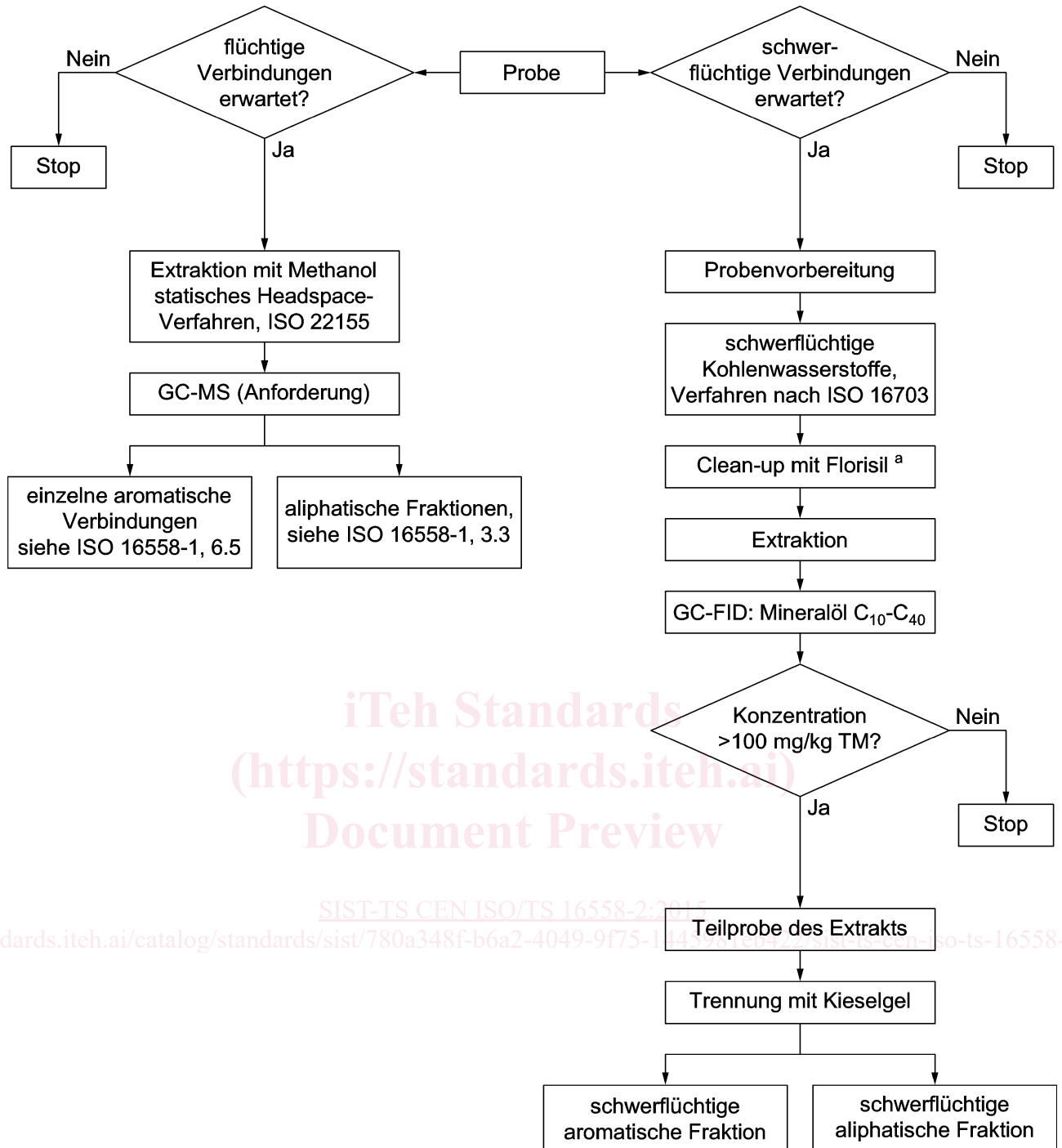


Bild 1 — Anwendung der verschiedenen Analyseverfahren Internationaler Normen während der Risikobeurteilung von Mineralölkohlenwasserstoffen

prEN ISO 16558-2:2013 (D)

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 16558 legt ein Verfahren zur quantitative Bestimmung des Gesamtgehalts an extrahierbaren schwach flüchtigen, an schwerflüchtigen aliphatischen und aromatischen Fraktionen des Mineralölkohlenwasserstoffs (Petroleum-Kohlenwasserstoff) in feldfrischen Bodenproben mittels Gaschromatographie fest.

Die Ergebnisse der durchgeführten Prüfung können für die Studien zur Risikobeurteilung hinsichtlich der Kontaminationen mit Mineralölkohlenwasserstoffen angewendet werden.

Das Verfahren ist für Mineralölkohlenwasserstoff-Gehalte von etwa 100 mg/kg Boden, angegeben als Trockensubstanz für die gesamte aliphatische Fraktion C₁₀ bis C₄₀ sowie für die aromatische Fraktion von C₁₀ bis C₄₀ geeignet. Bei Teilfraktionen können niedrigere Bestimmungsgrenzen erreicht werden.

Werden geringere Nachweisgrenzen gefordert, kann ein großes Injektionsvolumen verwendet oder die Konzentration des Endextraktes kann vorgenommen werden.

ANMERKUNG Niedrige Konzentrationen von aliphatischen und aromatischen Fraktionen können in natürlichen nicht kontaminierten organischen Böden, beispielsweise Torfböden, gefunden werden.

Mit diesem Verfahren werden alle Kohlenwasserstoffe mit einem Siedebereich von 174 °C bis 525 °C, *n*-Alkane zwischen C₁₀H₂₂ bis C₄₀H₈₂, Isoalkane, Cycloalkane, Alkylbenzole, Alkylnaphtaline und polycyclische aromatische Verbindungen als gesamte extrahierbare schwerflüchtige Mineralölkohlenwasserstoffe C₁₀ bis C₄₀ bestimmt. Darüber hinaus werden schwerflüchtige aliphatische und aromatische Fraktionen festgelegt.

Hinsichtlich der Bestimmung flüchtiger aliphatischer und aromatischer Fraktionen von Mineralölkohlenwasserstoffen in Bodenproben siehe Teil 1 dieser Internationalen Norm.

Die in diesem Teil von ISO 16558 vorgeschlagenen Teilfraktionen haben gezeigt, dass sie für Studien zur Risikobeurteilung geeignet sind. Allerdings können weiterer Teilfraktionen zwischen C₁₀H₂₂ bis C₄₀H₈₂ in Übereinstimmung mit dieser Norm ebenfalls bestimmt werden.

Auf der Grundlage der Peakfolge des Gaschromatogramms und der Siedepunkte der einzelnen im Anhang B angeführten *n*-Alkane können der näherungsweise Siedebereich des Mineralöls und einige qualitative Hinweise zur Zusammensetzung der Kontamination erhalten 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 8466-1, *Water quality — Calibration and evaluation of analytical methods and estimation of performance characteristics — Part 1: Statistical evaluation of the linear calibration function*

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

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

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

ISO 16703, *Soil quality — Determination of content of hydrocarbon in the range C₁₀ to C₄₀ by gas chromatography*

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

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

mittels Gaschromatographie bestimmbarer Gesamtgehalt an extrahierbaren schwerflüchtigen Mineralölkohlenwasserstoff

Summe der mit Aceton/*n*-Heptan (2 + 1) extrahierbaren Verbindungen, die mit einem Flammenionisationsdetektor nachgewiesen und an einer unpolaren Kapillarsäule mit Retentionszeiten zwischen denen von *n*-Decan (C₁₀H₂₂) und *n*-Tetracontan (C₄₀H₈₂) chromatographiert werden können

Anmerkung 1 zum Begriff: Substanzen, die dieser Definition entsprechen, sind hauptsächlich langkettige oder verzweigte, aliphatische, alicyclische, gering polycyclische oder alkyl-substituierte aromatische Kohlenwasserstoffe.

3.2

schwerflüchtige aliphatische Fraktion der Mineralölkohlenwasserstoffe

Fraktion der gesamten schwerflüchtigen Mineralölkohlenwasserstoffe, die nach der Absorption an Kieselgel mit Pentan, Hexan oder Heptan mit der in diesem Teil von ISO 16558 beschriebenen Verfahrensweise eluiert werden. Das ist ein vom Verfahren abhängiger Teil dieser Norm, weil das Ergebnis unbekannt und unvorhersehbar ist, falls mit anderen Lösemitteln die gleichen Verbindungen aus Kieselgel eluiert werden

3.3

schwerflüchtige aromatische Fraktion der Mineralölkohlenwasserstoffe

Fraktion der gesamten schwerflüchtigen Mineralölkohlenwasserstoffe, die nach der Absorption an Kieselgel mit Dichlormethan mit der in diesem Teil von ISO 16558 beschriebenen Verfahrensweise eluiert werden. Das ist ein vom Verfahren abhängiger Teil dieser Norm, weil das Ergebnis unbekannt und unvorhersehbar ist, falls mit anderen Lösemitteln die gleichen Verbindungen aus Kieselgel eluiert werden

Anmerkung 1 zum Begriff: Erfahrungen haben gezeigt, dass die Verwendung eines Gemischs von Dichlormethan mit anderen Lösemitteln, beispielsweise Heptane, zu chromatographischen Problemen führt und ein Lösemittel mit einem höheren Siedepunkt ergibt Schwierigkeiten mit der Chromatographie, insbesondere wenn Heptan verwendet wird.

4 Störungen

Nicht mit den Mineralölkohlenwasserstoff-Kontaminationen zusammenhängende Verbindungen mit einem Siedepunkt zwischen C₁₀ und C₄₀ (z. B. Halogenkohlenwasserstoffe) können sich störend auf die Bestimmung auswirken.

5 Kurzbeschreibung

Eine bekannte Menge der homogenisierten Bodenprobe wird durch mechanisches Schütteln oder Sonikation (Ultraschallbehandlung) mit Aceton/*n*-Heptan extrahiert. Die organische Phase wird abgetrennt und zweimal mit Wasser gewaschen. Ein aliquoter Teil des Extraktes wird mit der Kapillargaschromatographie mit Flammenionisationsdetektion analysiert. Die gesamte Peakfläche in dem Bereich, der durch die Standards *n*-Decan und *n*-Tetracontan festgelegt ist, wird als die Menge des gesamten extrahierbaren schwerflüchtigen Mineralöls gemessen. Der Extrakt wird mit einer Kieselgel enthaltenden Säule in zwei Fraktionen getrennt, die jeweils die aliphatischen und aromatischen Kohlenwasserstoffe enthalten. Die Fraktionen werden ebenfalls mittels Gaschromatographie analysiert.

Anstelle von *n*-Heptan darf ein anderes Einzel-Kohlenwasserstoff-Lösemittel oder technisches Gemisch von Kohlenwasserstoffen, Siedepunkt zwischen 36 °C und 99 °C, verwendet werden.

prEN ISO 16558-2:2013 (D)

6 Reagenzien

Allgemein müssen alle Reagenzien von anerkannter Analysenreinheit und für deren spezielle Zwecke anwendbar sein.

6.1 Aceton, $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$ (CAS-RN ¹⁾ 67-64-1).

6.2 *n*-Heptan, C_7H_{16} (CAS-RN 142-82-5).

Anstelle von *n*-Heptan darf ein anderes Einzel-Kohlenwasserstoff-Lösemittel oder technisches Gemisch von Kohlenwasserstoffen, Siedepunkt zwischen 36 °C und 99 °C, verwendet werden.

6.3 Dichlormethan, CH_2Cl_2 (CAS-RN 75-09-2).

6.4 Kieselgel, Korngröße 63 µm bis 200 µm (70 mesh bis 230 mesh), mindestens für 16 h bei 140 °C erhitzt und in einem Exsikkator mit Molekularsieb aufbewahrt.

6.5 Natriumsulfat, wasserfrei, Na_2SO_4 , mindestens für 2 h bei 550 °C erhitzt.

6.6 Standardlösung für den Retentionsbereich (RTW-Standardlösung) (RTW, en: retention time window, Retentionszeitfenster), ist der Arbeitsbereich, der durch die Standardlösung festgelegt wird, die *n*-Tetracontan und *n*-Decan enthält.

(30 ± 1) mg *n*-Tetracontan in einen 1-l-Messkolben einwiegen und vollständig in einem geeigneten Volumen an *n*-Heptan (6.2) lösen. 30 µl *n*-Decan (etwa 21 mg) hinzufügen, die Lösung gründlich durchmischen, mit *n*-Heptan bis zum Volumen auffüllen und die Lösung homogenisieren. Diese Lösung muss für sämtliche Verdünnungsstufen des Kohlenwasserstoff-Standards (6.7) verwendet und bei Raumtemperatur aufbewahrt werden.

ANMERKUNG *n*-Tetracontan ist in *n*-Heptan nur mäßig löslich. Leichtes Erwärmen und/oder Sonikation beschleunigen den Lösevorgang.

6.7 Kohlenwasserstoff-Standardlösung für die Kalibrierung

Etwa gleiche Masseanteile von zwei unterschiedlichen Arten von Mineralöl sind zu mischen. Dieses Gemisch ist genau zu wägen und in der RTW-Standardlösung (6.6) zu lösen, sodass sich ein Kohlenwasserstoffgehalt von etwa 8 g/l ergibt.

Die Kalibrierlösungen können vorbereitet werden, indem eine aliquote Menge dieser Standardlösung (6.7) mit der internen Standardlösung (6.6) verdünnt wird.

Die erste Ölart sollte im Gaschromatogramm getrennte Peaks (z. B. ein Dieselkraftstoff) zeigen, wie in Anhang A, Bild A.1, dargestellt (linker Teil des Chromatogramms). Der Siedebereich der zweiten Ölart sollte über dem der ersten Ölart liegen und sollte im Gaschromatogramm einen „Höcker“ ausbilden, wie in Anhang A, Bild A.1, dargestellt (rechter Teil des Chromatogramms). Ein geeignetes Öl dieser Art ist zum Beispiel ein Schmieröl ohne Zusätze.

ANMERKUNG Allgemeine Kohlenwasserstoff-Standards für Kalibrierzwecke können bei vielen kommerziellen Organisationen erworben werden. Kalibrierstandards für diesen Teil von ISO 16558 sind bei der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Fachgruppe I.2, Richard-Willstätter-Str. 11, D-12489 Berlin, Deutschland, erhältlich. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieses Teils von ISO 16558 und bedeutet keine Anerkennung des genannten Produkts durch ISO.

6.8 Kontrolllösung

Eine unabhängige Kontrolllösung nach 6.7 herstellen, deren Kohlenwasserstoffkonzentration etwa in der Mitte des Arbeitsbereichs der Standardlösung für die Systemwirksamkeit liegt.

1) CAS-RN Chemical Abstracts Services Registrier-Nummer.