



Institut luxembourgeois de la normalisation
de l'accréditation, de la sécurité et qualité
des produits et services

ILNAS-EN ISO 11916-3:2021

Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von ausgewählten Explosivstoffen und verwandten Verbindungen - Teil 3: Verfahren mittels

Qualité du sol - Dosage d'une sélection
d'explosifs et de composés apparentés -
Partie 3: Méthode utilisant la
chromatographie en phase liquide

Soil quality - Determination of selected
explosives and related compounds - Part
3: Method using liquid chromatography-
tandem mass spectrometry (LC-MS/MS)

10/2021

Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm EN ISO 11916-3:2021 wurde als luxemburgische Norm ILNAS-EN ISO 11916-3:2021 übernommen.

Alle interessierten Personen, welche Mitglied einer luxemburgischen Organisation sind, können sich kostenlos an der Entwicklung von luxemburgischen (ILNAS), europäischen (CEN, CENELEC) und internationalen (ISO, IEC) Normen beteiligen:

- Inhalt der Normen beeinflussen und mitgestalten
- Künftige Entwicklungen vorhersehen
- An Sitzungen der technischen Komitees teilnehmen

<https://portail-qualite.public.lu/fr/normes-normalisation/participer-normalisation.html>

DIESES WERK IST URHEBERRECHTLICH GESCHÜTZT

Kein Teil dieser Veröffentlichung darf ohne schriftliche Einwilligung weder vervielfältigt noch in sonstiger Weise genutzt werden - sei es elektronisch, mechanisch, durch Fotokopien oder auf andere Art!

ILNAS-EN ISO 11916-3:2021

EUROPÄISCHE NORM **EN ISO 11916-3**

EUROPEAN STANDARD

NORME EUROPÉENNE

Oktober 2021

ICS 13.080.10

Deutsche Fassung

**Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von ausgewählten
Explosivstoffen und verwandten Verbindungen - Teil 3:
Verfahren mittels Flüssigkeitschromatographie mit Tandem-
Massenspektrometrie (LC-MS/MS) (ISO 11916-3:2021)**

Soil quality - Determination of selected explosives and related compounds - Part 3: Method using liquid chromatography-tandem mass spectrometry (LC-MS/MS) (ISO 11916-3:2021)

Qualité du sol - Dosage d'une sélection d'explosifs et de composés apparentés - Partie 3: Méthode utilisant la chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse en tandem (CL-SM/SM) (ISO 11916-3:2021)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 7. September 2021 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 CEN-CENELEC-Management-Zentrum 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, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, der Republik Nordmazedonien, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, 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: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	8
4 Kurzbeschreibung	8
5 Störungen	8
6 Reagenzien	8
6.1 Allgemeines	8
6.2 Chemikalien	9
6.3 Standardsubstanzen und -lösungen	9
6.3.1 Standardsubstanzen	9
6.3.2 Standardlösungen	9
7 Geräte	10
7.1 Allgemeines	10
7.2 Vorrichtungen für die Extraktion	10
7.3 Flüssigkeitschromatograph mit Tandem-Massenspektrometer (LC-MS/MS)	10
7.3.2 Tandem-Massenspektrometer	11
8 Durchführung	11
8.1 Probenvorbehandlung, Lagerung der Proben und Bestimmung des Wassergehaltes	11
8.2 Extraktion	11
8.2.1 Allgemeines	11
8.2.2 Extraktion mit einem Ultraschallbad	12
8.2.3 Extraktion durch mechanisches Schütteln	12
8.3 Lagerung des Extrakts	12
9 Flüssigkeitschromatographie mit Tandem-Massenspektrometrie (LC-MS/MS)	12
9.1 Allgemeines	12
9.2 Identifizierung und quantitative Bestimmung	13
9.3 Kalibrierung	13
10 Berechnung der Ergebnisse	14
11 Qualitätssicherung/Qualitätslenkung	14
12 Angabe der Ergebnisse	15
13 Prüfbericht	15
Anhang A (informativ) Bedingungen der Flüssigkeitschromatographie mit Tandem-Massenspektrometrie (LC-MS/MS)	16
Anhang B (informativ) Vergleich der LC-MS- und LC-MS/MS-Anwendung für PETN, 1,3,5-TNB und Tetryl	19
B.1 Beschreibung des Versuchs	19
B.2 Ionenchromatogramm von LC-MS (SIM) und LC-MS/MS (MRM)	19

Anhang C (informativ) Vergleich von LOD und LOQ bei der HPLC- und LC-MS/MS-Messung	22
Anhang D (informativ) Vergleich der Extraktionsfähigkeit von Acetonitril und Methanol bei Anwendung von LC-MS/MS	25
D.1 Beschreibung der Untersuchung	25
D.2 Ergebnisse	25
Anhang E (informativ) Laborübergreifende Validierungsstudie für ISO 11916-3.....	27
Literaturhinweise.....	29

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 11916-3:2021) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 190 „Soil quality“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 444 „Umweltbezogene Charakterisierung fester Matrices“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis April 2022, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis April 2022 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

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

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 11916-3:2021 wurde von CEN als EN ISO 11916-3:2021 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO 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 staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) 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. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten 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 erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 190, *Soil quality*, Unterkomitee SC 3, *Chemical and physical characterization*, in Zusammenarbeit mit dem Europäischen Komitee für Normung (CEN), Technisches Komitee CEN/TC 444, *Umweltbezogene Charakterisierung fester Matrices*, in Übereinstimmung mit der Vereinbarung zur technischen Zusammenarbeit zwischen ISO und CEN (Wiener Vereinbarung) erarbeitet.

Eine Auflistung aller Teile der Normenreihe ISO 11916 kann auf der ISO-Internetseite abgerufen werden.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

Einleitung

Derzeit gibt es zwei ISO-Normen für die Analyse von Explosivstoffen und verwandten Verbindungen in Böden: ISO 11916-1 (HPLC mit UV-Detektion), ISO 11916-2 (GC-ECD oder MS). Entsprechend den Ergebnissen des Ringversuchs nach ISO 11916-1 wurden einige problematische Aspekte bei der Analyse von PETN, 1,3,5-TNB und Tetryl festgestellt. Im Fall von ISO 11916-2 ergab auch der Ringversuch für 1,3,5-TNB schlechte Ergebnisse. Daher war es notwendig, ein neues Verfahren zu entwickeln, das für die Bestimmung von PETN, 1,3,5-TNB und Tetryl anwendbar ist. Zusätzlich erfordern niedrigere, risikobasierte vorläufige Sanierungsziele (en: PRG, Preliminary Remediation Goal), neue behördliche Bedenken und eine Änderung von Landnutzung die Verwendung empfindlicherer und selektiverer Messverfahren zur Bestimmung von Explosivstoffen und verwandten Verbindungen. Unter diesen Gesichtspunkten ist die Flüssigkeitschromatographie mit Tandem-Massenspektrometrie (LC-MS/MS) eines der geeigneten Verfahren. Das LC-MS/MS-Verfahren ermöglicht eine um das 10- bis 20-Fache oder noch niedrigere Nachweisgrenze als das HPLC-/UV-Verfahren. In diesem Dokument ist das LC-MS/MS-Verfahren zur Spurenanalyse von Explosivstoffen und verwandten Verbindungen vorgesehen und auf 12 Verbindungen des HPLC-/UV-Verfahrens für Boden (ISO 11916-1) anwendbar: 1,3-DNB, 1,3,5-TNB, 2,4-DNT, 2,6-DNT, 2,4,6-TNT, 4-A-2,6-DNT, 2-A-4,6-DNT, Tetryl, Hexyl, RDX, HMX, PETN (siehe Anhang E). Nicht anwendbar ist das LC-MS/MS-Verfahren auf Nitrobenzol, 2-Nitrotoluol, 3-Nitrotoluol und 4-Nitrotoluol. Im Falle von Nitrobenzol und Nitrotoluolen ist die Empfindlichkeit bei der LC-MS/MS-Messung geringer als beim HPLC-/UV-Verfahren. Verglichen mit dem HPLC-/UV-Verfahren ist die LC-MS/MS-Messung für die Analyse von PETN, 1,3,5-TNB und Tetryl wirksam. Auch das LC-MS/MS-Verfahren wird bei der Erstellung von ISO-Normen (z. B. ISO 22104 Water quality — Microcystins, ISO/NP 21677 Water quality — HBCD, ISO 21675 Water quality — PFAS) bekannter.