

Bodenbeschaffenheit
**Extraktion von Spurenelementen mit
Ammoniumnitratlösung**

DIN
19730

ICS 13.080

Ersatz für
DIN V 19730 : 1993-02Deskriptoren: Bodenbeschaffenheit, Extraktion, Spurenelement, Ammoniumnitrat,
Lösung

Soil quality – Extraction of trace elements with ammonium nitrate solution

Qualité du sol – Extraction des éléments en trace avec solution de nitrate
d'ammonium**Vorwort**

Diese Norm wurde vom NAW I B 3 "Boden – Chemische Bodenuntersuchungsverfahren" erarbeitet.

Es ist vorgesehen, dieses Verfahren für die internationale Normung (ISO) vorzuschlagen.

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

Anhang A und Anhang B sind informativ.

Änderungen

Gegenüber DIN V 19730 : 1993-02 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Titel geändert.
- b) Der Inhalt wurde aufgrund der Anwendererfahrungen zu DIN V 19730 fachlich und redaktionell überarbeitet.
- c) Anhang A (informativ) wurde insbesondere um Einzelheiten zur instrumentellen Bestimmung von Spurenelementen in Ammoniumnitratextrakten erweitert.

Frühere Ausgaben

DIN V 19730: 1993-02

Fortsetzung Seite 2 bis 8

Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.

Einleitung

1) Allgemeines

Die Mobilität von Spurenelementen im Boden läßt sich nicht allein durch ihre Löslichkeit in Wasser beschreiben. Feste und gelöste Verbindungen der Elemente stehen über eine große Zahl von Prozessen miteinander in Verbindung. Neben einseitig gerichteten Prozessen (z. B. Verwitterung, Mineralisierung) treten Gleichgewichtsreaktionen zwischen festen und gelösten Formen auf (z. B. Adsorption/Desorption, Fällung/Lösung).

Lösungsbestimmende Faktoren sind u. a. der pH-Wert, das Redoxpotential, die Ionenkonzentration der Bodenlösung und ihr Gehalt an Komplexbildnern. Diese Faktoren bedingen eine räumliche und zeitliche Inhomogenität der Bodenlösung. Die Ermittlung der Elementgehalte in der Bodenlösung ist aufgrund dieser Inhomogenitäten zeitlich und technisch sehr aufwendig.

Um Böden hinsichtlich erhöhter Gehalte an mobilen Spurenelementen mit einem standardisierten Verfahren vergleichend beurteilen zu können wird die mobile Elementfraktion genutzt. Die mobile Elementfraktion (bzw. der mobile Elementanteil) umfaßt alle Elementverbindungen eines Bodens, die unter den jeweils herrschenden Standortbedingungen zur Konzentration gelöster Elemente beitragen können (wasserlösliche Verbindungen, austauschbar gebundene Ionen, leicht lösliche Metallkomplexe).

Die mobile Elementfraktion kann durch Extraktion mit einer ungepufferten Salzlösung (wie Ammoniumnitratlösung), in einem möglichst engen Verhältnis Boden zu Lösung abgeschätzt werden.

Die Extraktion mit Ammoniumnitratlösung erfüllt die Kriterien, die an ein Extraktionsmittel für Routineanalysen zu stellen sind:

- die Extraktion kann auf ein weites Spektrum von Böden und Elementen in einem weiten Konzentrationsbereich angewendet werden;
- die Entsorgung der Ammoniumnitratlösung ist umweltverträglich;
- die Messung der Elemente in der Lösung ist störungsarm.

Elementgehalte in Extrakten anderer ungepufferter Salzlösungen (wie z. B. Calciumchlorid- oder Natriumnitratlösung) korrelieren häufig gut mit den Gehalten in den Ammoniumnitratextrakten. Die absoluten Gehalte sind jedoch verschieden und an einzelnen Standorten können von der Regression erheblich abweichende Gehalte auftreten. Außerdem ist zu beachten, daß bei manchen Extraktionsverfahren kritische Gehalte im Bereich der Bestimmungsgrenze liegen können.

In Verbindung mit Extraktionsverfahren zur Bestimmung des Elementvorrates in Böden (z. B. Extraktion mit Königswasser) kann der durch Extraktion mit Ammoniumnitratlösung ermittelte Massenanteil als Grundlage für Standortbeurteilungen sowie Nutzungs- und Sanierungsempfehlungen von Böden mit Elementgehalten in kritischen Konzentrationen dienen.

2) Hinweise zur Wirkungsprognose

a) Allgemeine Hinweise

Die durch Extraktion mit Ammoniumnitratlösung ermittelten Gehalte dürfen keinesfalls als unmittelbare Wirkgröße mißverstanden werden. Bezeichnungen wie "bioverfügbare", "pflanzenverfügbare" oder "verlagerbare Anteile" sollten für die mit Ammoniumnitratlösung extrahierten Spurenelementanteile vermieden werden, denn für eine Wirkungsprognose müssen zahlreiche Standortfaktoren und teilweise auch der Elementvorrat berücksichtigt werden.

In zeitweilig schlecht durchlüfteten (z. B. vernäßten) Böden muß für die Deutung der Mobilität von Arsen und Mangan der Verlauf des Redoxpotentials berücksichtigt werden.

b) Pflanzenaufnahme

Die Aufnahme eines Elementes durch die Pflanzenwurzel (systemische Aufnahme) hängt außer von dem Angebot aus dem Boden noch von der Pflanzenart, der Pflanzensorte, von Ionenantagonismen (z. B. Cadmium zu Zink) und Ionensynergismen sowie von der Wasser- und Nährstoffversorgung während der Vegetationsperiode ab. Daher ergeben sich nach Standorten und Pflanzenarten sowie von Jahr zu Jahr Unterschiede in der Elementaufnahme durch Pflanzen.

Überdies ist die Translokation von Elementen von der Wurzel in den Sproß und zu den Früchten nach Pflanzenarten und Elementen verschieden.

Bodennah wachsende Pflanzen können über anhaftende Bodenpartikel verunreinigt sein. Bei extrem hohen Gesamtgehalten überwiegend immobilisierter Elemente im Boden, wie z. B. Blei, sollte daher auch der Elementvorrat berücksichtigt werden. Außerdem ist zu beachten, daß die Gehalte mancher Elemente in Pflanzen (z. B. Blei und Cadmium) häufig durch Ablagerungen aus der Luft beeinflußt sind.

Bei extrem hohen Quecksilbergehalten im Boden kann neben der systemischen Aufnahme über die Wurzel auch die Aufnahme von gasförmigem Quecksilber über oberirdische Pflanzenteile bedeutsam sein.

c) Verlagerbarkeit

Die Extraktion mit Ammoniumnitratlösung ist ein geeignetes Instrument zur Einschätzung der Qualität der Bodenlösung. Die absoluten Elementgehalte der Bodenlösung über den Jahresverlauf sollten im Freiland an Böden in ungestörter Lagerung mit ausreichender räumlicher und zeitlicher Auflösung bestimmt werden.

Für die Verlagerung der Elemente mit dem Sickerwasser sind die chemischen und physikalischen Eigenschaften und die Mächtigkeit der ungesättigten Zone, die Tiefenverteilung der mobilen Elementanteile im Bodenprofil und die tatsächliche Bewegung des Sickerwassers entscheidend.

3) Hinweise zur Probenahme

Die Gehalte an mobilen Spurenelementen in Böden unterliegen einer zeitlichen und räumlichen Variabilität. Mit erhöhter Variabilität ist allgemein bei variierender Bodenazidität (z. B. in Böden unter Forstvegetation) oder Hydromorphierung (z. B. in Auenböden) und mit erhöhter räumlicher Variabilität bei wechselndem Elementvorrat (z. B. bei Vererzungen) zu rechnen.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm gilt für die Extraktion mobiler Spurenelemente in Böden (siehe auch Einleitung).

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 dieser Publikationen nur zu dieser Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation.

DIN ISO 5725

Präzision von Meßverfahren – Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision von festgelegten Meßverfahren durch Ringversuche; Identisch mit ISO 5725 Ausgabe 1986

DIN ISO 11464

Bodenbeschaffenheit – Probenvorbehandlung für physikalisch-chemische Untersuchungen (ISO 11464 : 1994)

DIN ISO 11465

Bodenbeschaffenheit – Bestimmung des Trockenrückstandes und des Wassergehalts auf Grundlage der Masse – Gravimetrisches Verfahren (ISO 11465 : 1993)

3 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Der Boden wird mit einer Ammoniumnitratlösung $c(\text{NH}_4\text{NO}_3) = 1 \text{ mol/l}$ im Verhältnis 20 g Boden zu 50 ml Lösung 2 h extrahiert. Die Elementkonzentrationen können dann im Extrakt bestimmt werden.

4 Chemikalien

4.1 Allgemeines

Als Reagenzien sind ultrareine Chemikalien, bidestilliertes Wasser oder Wasser gleichen Reinheitsgrades zu verwenden. Der Blindwert der Reagenzien muß erheblich kleiner sein als der kleinste zu bestimmende Gehalt.

4.2 Ammoniumnitratlösung $c(\text{NH}_4\text{NO}_3) = 1 \text{ mol/l}$; 80,04 g Ammoniumnitrat ist in Wasser zu lösen und auf 1 l aufzufüllen. Durch Voruntersuchung ist die Ammoniumnitratlösung auf Reinheit zu prüfen. Alternativ kann gebrauchsfertige, einmolare Ammoniumnitratlösung in ultrareiner Qualität verwendet werden.

4.3 Salpetersäure $\rho \approx 1,40 \text{ g/ml}$

4.4 Salpetersäure $\varphi = 1\%$; 10 ml Salpetersäure (siehe 4.3) ist mit Wasser auf 1 l aufzufüllen.

5 Geräte

5.1 Umlufttrockenschrank, regelbar auf eine Temperatur von $(30 \pm 2)^\circ\text{C}$.

5.2 Reibschale und Stößel aus Porzellan oder Sinterkorund.

5.3 Siebe, aus Kunststoff; 2 mm Maschenweite für lufttrockene Proben; 5 mm bis 8 mm Maschenweite für feldfrische Proben.

5.4 Waage, Fehlergrenzen 0,1 g

5.5 Weithals-Schüttelflasche, Nennvolumen 100 ml bis 150 ml; aus Kunststoff (z.B. Polyethylen (PE), Polytetrafluorethylen (PTFE), Perfluor-Alkoxylalkan (PFA), Tetrafluorethylen-Hexafluorpropylen-Copolymere (FEP)). Die Schüttelflaschen sind vor jedem Gebrauch mit Salpetersäure (siehe 4.4) gefüllt 24 h stehen zu lassen.

5.6 Überkopfschüttelgerät; Abstand der Flaschen-Stellfläche von der Mittelachse 20 cm; 20 Umdrehungen je min.

5.7 Membranfilter, mit $0,45 \mu\text{m}$ Porenweite und entsprechender Filtrationsapparatur aus Kunststoff (z.B. PTFE); vor Gebrauch mit Salpetersäure (siehe 4.4) gewaschen.

5.8 Flaschen, Nennvolumen 50 ml; aus Quarz oder Kunststoff (z.B. Polyethylen (PE), Polytetrafluorethylen (PTFE), Perfluor-Alkoxylalkan (PFA), Tetrafluorethylen-Hexafluorpropylen-Copolymere (FEP)). Die Flaschen sind vor jedem Gebrauch mit Salpetersäure (siehe 4.4) gefüllt 24 h stehen zu lassen.

6 Durchführung

6.1 Probenvorbereitung

Die Probenvorbereitung ist nach DIN ISO 11464 durchzuführen. Bodenproben von terrestrischen mineralischen Horizonten sind bei Raumtemperatur oder bei 30°C im Umlufttrockenschrank (siehe 5.1) bis zur Massenkonzanz zu trocknen, anschließend in einer Reibschale (siehe 5.2) vorsichtig zu zerstoßen und über ein 2-mm-Sieb (siehe 5.3) abzusieben. Bodenproben von organischen Horizonten (Massenanteil mehr als 30 % organische Substanz, z.B. Moorböden, Humusaufgaben) und Bodenproben von reduktomorphen Horizonten (Horizonte mit Stau- oder Grundwassereinfluß, z.B. Marschböden, Gleye) sind in feldfrischem Zustand zu extrahieren. Zur Homogenisierung feldfrischer Proben siehe A.5.

6.2 Bestimmung des Wassergehaltes

Der Wassergehalt ist nach DIN ISO 11465 zu bestimmen.

6.3 Extraktion

$(20 \pm 0,1) \text{ g}$ Boden (lufttrocken bzw. feldfrisch nach 6.1) sind in einer Schüttelflasche (siehe 5.5) mit 50,0 ml Ammoniumnitratlösung (siehe 4.2) zu versetzen und 2 h bei Raumtemperatur $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$ über Kopf mit etwa 20 Umdrehungen je min zu schütteln (siehe 5.6). Die Schüttelflasche ist anschließend zum Absetzen der festen Bestandteile 15 min stehen zu lassen.

Zur Extraktion von organischen oder reduktomorphen Horizonten siehe A.5.

6.4 Filtration

Die überstehende Lösung ist zu dekantieren und mit einem $0,45 \mu\text{m}$ -Membranfilter (siehe 5.7) zu filtrieren. Die ersten 5 ml des Filtrats sind zu verwerfen. Der Rest ist in 50-ml-Flaschen (siehe 5.8) aufzufangen. Sollte das Filtrat trübe sein (z.B. bei Proben mit hohen Gehalten an löslicher organischer Substanz) ist dies im Analysenbericht zu vermerken.

6.5 Extraktstabilisierung

Nach beendeter Filtration ist dem Extrakt zur Stabilisierung Salpetersäure (siehe 4.3) im Volumen von etwa 1 % des Extraktvolumens zuzusetzen (z.B. 0,4 ml Salpetersäure zu 40 ml Extrakt).

6.6 Blindprobe

Mindestens eine Blindprobe durchläuft den gesamten Extraktionsvorgang.

7 Prüfbericht

Der Prüfbericht muß die folgenden Angaben enthalten:

- einen Hinweis auf diese Norm;
- die vollständige Identifizierung der Bodenprobe;
- Angaben zur Probenvorbehandlung und die Angabe, ob lufttrockene oder feldfrische Probe eingewogen wurde;
- alle Einzelheiten, die nicht in dieser Norm festgelegt oder die wahlfrei sind sowie alle Faktoren, die das Analysergebnis beeinflussen könnten.