

DIN 19738

DIN

ICS 13.080.10

**Bodenbeschaffenheit –
Resorptionsverfügbarkeit von organischen und anorganischen
Schadstoffen aus kontaminiertem Bodenmaterial**

Soil quality –

Absorption availability of organic and inorganic pollutants from contaminated soil material

Qualité du sol –

Evaluation de la disponibilité intestinale des polluants organiques et inorganiques des sols contaminés

Gesamtumfang 20 Seiten

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN

Inhalt

Seite

Vorwort	3
Einleitung.....	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen.....	4
3 Begriffe	6
4 Prüfmaterialien.....	6
4.1 Stoffe und Elemente	6
4.2 Kontaminierte Materialien.....	7
5 Probenahme, -konservierung, -transport und -lagerung.....	7
6 Reagenzien und Prüfeinrichtungen	7
6.1 Reagenzien.....	7
6.2 Enzyme und Verdauungshilfsstoffe	8
6.3 Geräte.....	8
7 Prüfsystem	9
7.1 Apparativer Aufbau	9
7.2 Synthetische Verdauungssäfte	11
8 Vorbereitung und Analyse der Probe	12
8.1 Probenvorbereitung	12
8.2 Mobilisierung.....	13
8.3 Abtrennung der mobilisierten von den partikelgebundenen Schadstoffen	15
8.4 Quantitative Bestimmung	15
8.4.1 Allgemeines.....	15
8.4.2 Analyse anorganischer Stoffe	15
8.4.3 Analyse organischer Stoffe	16
9 Auswertung	16
10 Qualitätssicherung	17
11 Prüfbericht.....	17
Anhang A (informativ) Enzyme und Verdauungshilfsstoffe	19
Literaturhinweise	20

Vorwort

Diese Norm wurde vom Normenausschuss Wasserwesen (NAW), Arbeitsausschuss I 2 „Boden- und Abfalluntersuchung“, ausgearbeitet.

Anhang A ist informativ.

Einleitung

Bei der oralen Aufnahme von Schadstoffen, z. B. aus Böden, Bodenmaterial, Stäuben, Gebrauchsgegenständen oder Nahrungsmitteln, durch den Menschen sind nicht nur die aufgenommene Menge und die Schadstoffgehalte, sondern auch die Schadstoffresorption im Gastrointestinaltrakt für die Gesundheit des Menschen von Bedeutung. Das Verfahren nach dieser Norm kommt in der Regel erst dann zur Anwendung, wenn sich aufgrund von Untersuchungen zum Gesamtgehalt oder Eluatgehalt von Stoffen die Notwendigkeit zur Prüfung der Resorptionsverfügbarkeit von Schadstoffen ergibt. In Tierversuchen können die Resorption und die Bioverfügbarkeit ermittelt werden. Die Ergebnisse sind jedoch nicht direkt auf den Menschen übertragbar. Ein deutlich weniger aufwendiges und rasch durchführbares Verfahren ist die Bestimmung der Schadstoffmenge, welche von den kontaminierten Materialien durch die Verdauungssäfte des oberen Verdauungstrakts abgelöst werden kann.

An Materialien gebundene Schadstoffe werden in der Regel nur zu einem Teil durch die Verdauungssäfte im Magen-Darm-Trakt abgelöst. Das Ausmaß der Mobilisierung hängt von der Art des Schadstoffs, von der Beschaffenheit der Materialien sowie von den Komponenten der Verdauungssäfte im oberen Verdauungstrakt ab. Die mobilisierten Schadstoffe können im Gastrointestinaltrakt in den Organismus resorbiert werden. Die Schadstoffe, welche gebunden bleiben, werden zum größten Teil unverändert wieder ausgeschieden. Die real resorbierte Menge ist immer kleiner bis höchstens gleich der mobilisierten Menge.

Verdauungssäfte sind komplexe Gemische aus Elektrolyten, Enzymen und Verdauungshilfsstoffen. Die Zusammensetzung der Verdauungssäfte variiert nach Art, Beschaffenheit und Menge und ist von exogenen und endogenen Faktoren abhängig. Ein wesentlicher Faktor ist dabei die Nahrung.

Die Verdauung beginnt bereits im Mund, wobei neben der mechanischen Zerkleinerung eine im Speichel enthaltene α -Amylase die Hydrolyse von Stärke einleitet. Im Magen wird die Nahrung durch Salzsäure denaturiert. Gleichzeitig setzt die Verdauung von Proteinen durch Peptidhydrolasen (Pepsine) ein. Außerdem beginnen aus dem Duodenum eingeschleuste Lipasen mit der Fettverdauung. Das Maximum der Salzsäuresekretion ist nach 1 h erreicht. Dabei wird die Salzsäure durch Nahrungsbestandteile auf pH 3 bis pH 4 abgepuffert. Erst mit fortschreitender Verdauung sinkt der pH-Wert wieder in den Bereich von pH 1 bis pH 2. Je nach der Beschaffenheit der Nahrung wird sie nach einer Verweilzeit von nur einigen Minuten bis zu mehreren Stunden in den Zwölffingerdarm (Duodenum) weitertransportiert. Hier wird die Salzsäure durch Hydrogencarbonat aus dem Zwölffingerdarmsaft, dem Pankreassaft und dem Gallensaft zunächst auf pH 4 gepuffert. Anschließend steigt der pH-Wert langsamer auf pH 6 bis pH 7,5. Der Pankreassaft enthält eine Vielzahl von Peptidhydrolasen (Trypsin, Chymotrypsin u. a.), α -Amylasen zur Kohlenhydratspaltung sowie Lipasen zur Spaltung von Triglyceriden in Mono- bzw. Diacylglyceride und Fettsäuren. Lipide können nur in emulgierter Form von Lipasen verdaut werden. Bereits im Magen werden Fette durch die Bewegung des Magens mechanisch suspendiert. Im Zwölffingerdarm kommt es infolge des Zutritts von Gallensaft, welcher Gallensäuren und Lecithine als natürliche Tenside enthält, zu einer starken Emulgierung von Fetten und Fettabbauprodukten (Di- und Monoglyceride sowie Fettsäuren). Im Dünndarm (Jejunum und Ileum) kommen weitere Verdauungsenzyme hinzu, die sich in der Wirkung aber nicht wesentlich von den Enzymen des Pankreassaftes unterscheiden. Insgesamt werden vom Körper

durchschnittlich 0,5 l bis 1,5 l Speichel, 2 l bis 3 l Magensaft, 0,5 l bis 1,5 l Pankreassaft, 0,8 l bis 1 l Lebergalle, welche in der Gallenblase auf das etwa 7fache konzentriert wird, und 2 l bis 3 l Dünndarmsaft in 24 h produziert. Der Dünndarm ist das Hauptorgan für die Resorption von Lebensmittelkomponenten und Schadstoffen. Täglich werden dort etwa 8 l bis 9 l Wasser mit etwa 70 g Elektrolyten, 300 g Kohlenhydraten, 100 g Proteinen und 70 g Fett resorbiert. Darüber hinaus wird der überwiegende Anteil an Gallensäuren zurückgewonnen, da dem Körper nicht mehr als 4 g bis 6 g zur Verfügung stehen, aber ein Mehrfaches davon für die Verdauung benötigt wird.

Mit dieser Norm wird ein Prüfsystem zur Mobilisierung von Schadstoffen aus kontaminierten Materialien mit Hilfe synthetischer Verdauungssäfte genormt. Dieses Modell bedarf einer einmaligen grundsätzlichen Absicherung durch Tierversuche, was in Teilbereichen bereits erfolgt ist.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt ein Verfahren zur Prüfung der Resorptionsverfügbarkeit von Stoffen aus kontaminiertem Bodenmaterial sowie Materialien, die auf oder in den Boden auf- und eingebracht werden können (siehe § 6 BBodSchG) fest. Grundsätzlich können nur solche Stoffe untersucht werden, die einen ausreichend niedrigen Dampfdruck aufweisen und bei denen es unter den Prüfbedingungen nach dieser Norm nicht zu höheren Verlusten kommen kann. Des Weiteren müssen geeignete Analyseverfahren für den Nachweis der Stoffe bzw. Elemente in den komplexen Verdauungsansätzen verwendet werden.

In dem hier vorgestellten Testsystem wird die Mobilisierung von organischen und anorganischen Schadstoffen aus kontaminierten Partikeln mit Hilfe synthetischer Verdauungssäfte (Magensaft und Darmsaft sowie in speziellen Fällen zusätzlich auch Speichel) physiologienah unter genormten Bedingungen geprüft. Ihre Zusammensetzung entspricht hinsichtlich der Hauptkomponenten in etwa der durchschnittlichen stofflichen Zusammensetzung von natürlichen Verdauungssäften des Menschen bei stimulierter Sekretion, wie sie bei der Nahrungsaufnahme erfolgt. Die Behandlungsdauer der Proben von 2 h mit dem Magensaft entspricht den mittleren Verweilzeiten von Nahrungsmitteln im Magen. Die Behandlungsdauer von 6 h mit dem Darmsaft orientiert sich dagegen an den Höchstwerten der Verweildauer von Nahrungskomponenten im gesamten Dünndarm.

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 (einschließlich Änderungen).

DIN 4021, *Baugrund — Aufschluß durch Schürfe und Bohrungen sowie Entnahme von Proben.*

DIN 32645, *Chemische Analytik — Nachweis-, Erfassungs- und Bestimmungsgrenze — Ermittlung unter Wiederholbedingungen — Begriffe, Verfahren, Auswertung.*

DIN 38406-29, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Kationen (Gruppe E) — Teil 29: Bestimmung von 61 Elementen durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) (E 29).*

DIN 38414-20, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Schlamm und Sedimente (Gruppe S) — Teil 20: Bestimmung von 6 polychlorierten Biphenylen (PCB) (S 20).*

DIN 38414-24, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung – Schlamm und Sedimente (Gruppe S) — Teil 24: Bestimmung von polychlorierten Dibenzodioxinen (PCDD) und polychlorierten Dibenzofuranen (PCDF) (S 24).*

DIN EN ISO 5667-3, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 3: Anleitung zur Konservierung und Handhabung von Proben (ISO 5667-3:1994); Deutsche Fassung EN ISO 5667-3:1995.*

DIN EN ISO 11885, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von 33 Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ISO 11885:1996); Deutsche Fassung E ISO 11885:1997.*

DIN EN ISO/IEC 17025, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien (ISO/IEC 17025:1999); Dreisprachige Fassung EN ISO/IEC 17025:2000.*

DIN ISO 10381-1, *Bodenbeschaffenheit — Probenahme — eil 1: Anleitung zur Aufstellung von Probenaherogrammen (ISO 10381-1:2002).*

DIN ISO 10381-2, *Bodenbeschaffenheit – Probenahme — Teil 2: Anleitung für Probenahmeverfahren (ISO 10381-2:2002).*

DIN ISO 10382, *Bodenbeschaffenheit — Bestimmung von Organochlorpestiziden und polychlorierten Bipheylen – Gaschromatographisches Verfahren mit Elektroneneinfang-Detektor (ISO 10382:2002).*

DIN ISO 11047, *Bodenbeschaffenheit — Bestimmung von Cadmium, Chrom, Cobalt, Kupfer, Blei, Mangan, Nickel und Zink — Flammen- und elektrothermisches atomabsorptionsspektrometrisches Verfahren (ISO 11047:1998).*

DIN ISO 11464, *Bodenbeschaffenheit — Probenvorbehandlung für physikalisch-chemische Untersuchungen (ISO 11464:1994).*

DIN ISO 11466, *Bodenbeschaffenheit — Extraktion in Königswasser löslicher Spurenelemente (ISO 11466:1995).*

DIN ISO 13877, *Bodenbeschaffenheit — Bestimmung von polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen — Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie-(HPLC-)Verfahren (ISO 13877:1998)).*

E DIN ISO 14507:1996-02, *Bodenbeschaffenheit — Probenvorbehandlung für die Bestimmung von organischen Verunreinigungen in Böden (ISO/DIS 14507).*

BBodSchG, *Gesetz zum Schutz vor schädlichen Bodenveränderungen und zur Sanierung von Altlasten (Bundes-Bodenschutzgesetz – BBodSchG)¹⁾.*

BBodSchV, *Bundes-Bodenschutz- und Altlastenverordnung (BBodSchV) vom 12.07.1999, in: BGBl. I, 1999, Nr. 36, S.1554 – 1582¹⁾.*

Landesumweltamt Nordrhein-Westfalen: *LUA-Merkblatt 1, Bestimmung von polyzyklischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) in Bodenproben²⁾.*

Hessische Landesanstalt für Umwelt, *Bestimmung von polyzyklischen aromatischen Kohlenwasserstoffen in Feststoffen aus dem Altlastenbereich. Handbuch Altlasten, Band 7, Wiesbaden³⁾.*

1) Nachgewiesen in der DITR-Datenbank der DIN Software GmbH, zu beziehen bei Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin

2) Zu beziehen durch: Gemeinnützige Werkstätten, Neuss (GWN)

3) Zu beziehen durch: Hessisches Landesamt für Umwelt und Geologie, Postfach 3209, 65022 Wiesbaden

VDI 3499 Blatt 1, *Messen von Emissionen – Messen von polychlorierten Dibenzo-p-dioxinen (PCDD) und Dibenzofuranen (PCDF) — Verdünnungsmethode — Ausführungsbeispiel zur DIN EN 1948 im Konzentrationsbereich < 0,1 ng I-TEQ/m³ und Ergänzung für den Konzentrationsbereich > 0,1 ng I-TEQ/m³; Bestimmung in Filterstaub, Kesselasche und in Schlacken*⁴⁾.

Methodenbuch, *Band VII, Umweltanalytik*, VDLUFA-Verlag Darmstadt⁵⁾.

3 Begriffe

Für die Anwendung dieser Norm gelten die folgenden Begriffe:

3.1

kontaminiertes Bodenmaterial

Bodenmaterial, das durch seine stoffbedingte Verunreinigung (Kontamination) geeignet ist, bei Aufnahme durch den Menschen die Gesundheit zu gefährden

ANMERKUNG Beispiele sind Bodenmaterial aus baulichen Aktivitäten, z. B. Bauschutt, Bodenaushub, ölverunreinigtem Boden, Boden mit sonstigen schädlichen Verunreinigungen, sowie durch die Verwertung von mineralischen Abfällen angereichertes Bodenmaterial, Bodenmaterial aus Bodenbehandlungsanlagen und Baggergut. Dies kann aber auch Bodenmaterial aus schädlichen Bodenveränderungen und Altlasten im Sinne des Bundes-Bodenschutzgesetzes (BBodSchG) sein.

3.2

Resorptionsverfügbarkeit

Prozentualer Übergang eines chemischen Elements oder einer chemischen Verbindung von der festen Probe in die wässrige Phase des nach dieser Norm festgelegten *in vitro*-Prüfsystems. Bezugsgröße ist der nach Aufschluss oder Extraktion analysierte konventionelle Gesamtgehalt der festen Probe.

ANMERKUNG 1 Die Ermittlung der konventionellen Gesamtgehalte erfolgt nach den gültigen, dem Stand der Technik entsprechenden Analysenvorschriften (siehe 8.4).

ANMERKUNG 2 Der nach dieser Norm als resorptionsverfügbar definierte Schadstoffanteil wird in der englischsprachigen Literatur als „bioaccessible“ bezeichnet.

4 Prüfmaterialien

4.1 Stoffe und Elemente

Die Mobilisierbarkeit von organischen Schadstoffen aus kontaminierten Materialien wurde bisher am Beispiel von Polycyclischen Aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK), Polychlorierten Biphenylen (PCB), Hexachlorbenzol (HCB), Polychlorierten Dibenzodioxinen (PCDD) und Polychlorierten Dibenzofuranen (PCDF), α -HCH und γ -HCH (HCH: Hexachlorhexan), o-,p-DDT und p,p'-DDT (DDT: Dichlordiphenyltrichlorethan), Endosulfan, Prothion und Chlorprothion an einer großen Palette von Bodenmaterialien und technogenen Materialien geprüft (siehe [6]). Das Verfahren ist aber auch zur Prüfung der Mobilisierung anderer chemischer Stoffe, insbesondere solchen mit hohem Octanol/Wasser-Verteilungs-Koeffizienten (K_{OW}), wie z. B. Aldrin, Dieldrin, Toxaphen, bromierte und chlorierte Diphenylether, geeignet. Die Mobilisierung anorganischer Stoffe, wie z. B. die Elemente Arsen, Blei, Cadmium, Chrom und Quecksilber in ihren verschiedenen Erscheinungsformen und Oxidationsstufen, wurde ebenfalls an einer größeren Palette kontaminierter Materialien untersucht (siehe Literaturhinweise). Die Mobilisierbarkeit anderer Elemente, wie z. B. Thallium, Antimon oder auch Radionukliden, ist mit der Prüfung nach dieser Norm ebenfalls prüfbar.

4) Zu beziehen durch: Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin

5) Zu beziehen durch: VDLUFA-Methodenbuch: VDLUFA-Verlag, 64293 Darmstadt