

DIN EN 17505

ICS 13.030.10; 13.080.10

Ersatz für
DIN 19539:2016-12**Boden- und Abfallbeschaffenheit –
Temperaturabhängige Unterscheidung von Gesamtkohlenstoff
(TOC400, ROC, TIC900);
Deutsche Fassung EN 17505:2023**

Soil and waste characterization –
Temperature dependent differentiation of total carbon (TOC400, ROC, TIC900);
German version EN 17505:2023

Caractérisation des sols et des déchets –
Différentiation en fonction de la température du carbone total (COT400, COR, CIT900);
Version allemande EN 17505:2023

Gesamtumfang 30 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 17505:2023) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 444 „Umweltbezogene Charakterisierung fester Matrices“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN (Niederlande) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitskreis NA 119-01-02-02-03 AK „Nährstoffe, Anionen, Summenparameter“ im DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW).

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN 19539:2016-12 wurden folgenden Änderungen vorgenommen:

- a) keine technischen Änderungen im Verfahren, die Einfluss auf die Ergebnisse haben;
- b) die Haltezeit auf den verschiedenen Temperaturniveaus ist nicht mehr fixiert, sondern variabel durch den Anwender wählbar;
- c) Differenzierung des ROC (ROC600 oder ROC900) und des TIC900 (TIC900A oder TIC900B) neben dem TOC400;
- d) Durchführung eines aktuellen internationalen Validierungsringversuchs und Aufnahme der Ergebnisse im Anhang A;
- e) das Alternativverfahren nach Anhang B (normativ) ist nun ein gleichwertiges Verfahren im Hauptteil der Norm (Verfahren A und Verfahren B);
- f) Ergänzung weiterer Beispiele und Lösungsansätze bei schwierigen Matrices bei Verfahren B;
- g) Norm redaktionell überarbeitet und Auswertung konkretisiert.

Frühere Ausgaben

DIN 19539: 2016-12

Deutsche Fassung

**Boden- und Abfallbeschaffenheit —
Temperaturabhängige Unterscheidung von
Gesamtkohlenstoff (TOC400, ROC, TIC900)**

Soil and waste characterization —
Temperature dependent differentiation of total carbon
(TOC400, ROC, TIC900)

Caractérisation des sols et des déchets —
Différentiation en fonction de la température du
carbone total (COT400, COR, CIT900)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 16. Juli 2023 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
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	7
5 Störungen	7
5.1 Störungen durch Carbide	7
5.2 Störungen durch Schwefel- und Stickstoffverbindungen	8
5.3 Störungen durch Carbonate	8
5.4 Peak erreicht nicht die Basislinie	10
5.5 Schwierigkeiten bei der Trennung von ROC ₆₀₀ -Peak und TIC _{900A} -Peak	11
5.6 Störungen durch vorzeitige Freisetzungen und Verpuffungen	12
5.7 Störungen durch den Gehalt an katalytisch aktiven Substanzen in den Proben	12
6 Reagenzien	12
6.1 Allgemeines	12
6.2 Standard zur Systemkontrolle	13
7 Geräte	13
8 Durchführung	14
8.1 Allgemeines	14
8.2 Probenvorbereitung und -aufarbeitung	14
8.3 Kalibrierung	14
8.4 Messung (Oxidatives Verfahren A)	14
8.5 Messung (gemischtes oxidativ/nicht-oxidatives Verfahren B)	15
9 Auswertung	17
9.1 Allgemeines	17
9.2 Kontrollmessungen	18
10 Angabe der Ergebnisse	19
11 Prüfbericht	19
Anhang A (informativ) Verfahrenskenndaten	20
Anhang B (informativ) Abkühlverfahren für Verfahren B	27
Literaturhinweise	28

Bilder

Bild 1 — Beispieldiagramm FeCO ₃	8
Bild 2 — Beispieldiagramm MnCO ₃ · fH ₂ O	9
Bild 3 — Beispieldiagramm PbCO ₃	9
Bild 4 — Beispieldiagramm für den Fall, wenn Peaks die Basislinie nicht erreichen	10
Bild 5 — Beispieldiagramm für die Verlängerung des Temperaturplateaus, wodurch die Peaks die Basislinie erreichen können	11
Bild 6 — Trennungsschwierigkeiten der ROC ₆₀₀ - und TIC _{900A} -Peaks	12
Bild 7 — Beispieldiagramm für die Trennung der Bindungsformen von Kohlenstoff unter oxidativen Bedingungen nach Tabelle 2	15
Bild 8 — Beispieldiagramm für die Trennung der Bindungsformen von Kohlenstoff mit alternativem Trägergas nach Tabelle 3	16
Bild 9 — Beispieldiagramm für die Basislinientrennung der Bindungsformen von Kohlenstoff	18

Tabellen

Tabelle 1 — Validierungsmaterialien 5

Tabelle 2 — Temperaturprogramm für die Probenzone 14

Tabelle 3 — Temperaturprogramm für die Probenzone 16

Tabelle A.1 — Verfahrenskennndaten für TOC₄₀₀ (Verfahren A + B) 20

Tabelle A.2 — Verfahrenskennndaten für TOC₄₀₀ (Verfahren A) 20

Tabelle A.3 — Verfahrenskennndaten für TOC₄₀₀ (Verfahren B) 21

Tabelle A.4 — Verfahrenskennndaten für ROC₆₀₀ (Verfahren A) 22

Tabelle A.5 — Verfahrenskennndaten für ROC₉₀₀ (Verfahren B) 23

Tabelle A.6 — Verfahrenskennndaten für TIC_{900A} (Verfahren A) 23

Tabelle A.7 — Verfahrenskennndaten für TIC_{900B} (Verfahren B) 24

Tabelle A.8 — Verfahrenskennndaten für TC (Verfahren A + B) 25

Tabelle A.9 — Verfahrenskennndaten für TC (Verfahren A) 25

Tabelle A.10 — Verfahrenskennndaten für TC (Verfahren B) 26

Tabelle B.1 — Alternatives Temperaturprogramm für die Probenzone 27

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN 17505:2023) wurde vom 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 2024, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis April 2024 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.

Einleitung

Kohlenstoff liegt in Böden und bodenähnlichen Materialien in einer Vielzahl von Verbindungen und Formen vor. Bei der Bestimmung von Kohlenstoff in Böden und bodenähnlichen Materialien ist eine summarische Bestimmung unterschiedlicher Massenanteile am praktikabelsten. Die summarische Ausweisung des Kohlenstoffs erfolgt bisher mit einer Unterscheidung von organischem und anorganischem Kohlenstoff (EN 15936, ISO 10694). In dem als „organischer Kohlenstoff“ eingestuften Anteil können sehr stabile hocharomatische und hochkondensierte Kohlenstoffverbindungen zuweilen in erheblichen Massenanteilen vorkommen. Da dieser schwarze (pyrogene) Kohlenstoff nur sehr verzögert um- und freigesetzt wird, ist seine Umweltrelevanz anders zu bewerten als die der schneller chemisch-biologisch umsetzbaren Anteile des organischen Kohlenstoffs. Eine Abschätzung der Umweltrelevanz erfolgt z. B. bei der Beurteilung der Deponiefähigkeit von Böden und bodenähnlichen Materialien. Für eine differenzierte Bewertung ist eine getrennte Ausweisung der unterschiedlichen Massenanteile von organischem, schwarzem (pyrogenem) und anorganischem Kohlenstoff notwendig. Mit dem festgelegten Temperaturgradienten-Verfahren können unter Zuhilfenahme der Verbrennungskennlinie(n) nach dieser Norm ermittelte Kohlenstofffraktionen in Böden und bodenähnlichen Materialien differenziert werden.

Der mit dem beschriebenen Verfahren bestimmte Gehalt von ausschließlich organisch gebundenem Kohlenstoff in Feststoffen kann im Hinblick auf das Gefährdungspotenzial für eine Entsorgung und/oder Wiederverwertung wichtig sein.

Das Verfahren wurde mit den in Tabelle 1 aufgeführten Materialien validiert, siehe auch Anhang A.

Tabelle 1 — Validierungsmaterialien

Materialtyp	Für die Validierung verwendete Materialien
Böden aus natürlichem Material	mineralische Böden Boden mit anthropogenen Beimengungen (Stadtboden)
Bergematerial	Bergematerial aus dem Steinkohlebergbau
Sediment	Sediment
Abfall	Müllverbrennungsasche Gießereisand Bauschutt

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur differenzierten Bestimmung des Gehalts an organischem Kohlenstoff (TOC_{400}), der bis 400 °C freigesetzt wird, restlichem oxidierbaren Kohlenstoff (ROC) (u. a. Braun-, Stein-, Holzkohle, schwarzer Kohlenstoff, Ruß) und anorganischem Kohlenstoff (TIC_{900}), der bis 900 °C freigesetzt wird, fest.

Grundlage ist die trockene Verbrennung oder Zersetzung von Kohlenstoff zu CO_2 im Sauerstoffstrom oder unter sauerstofffreien Bedingungen mittels Temperaturgradienten von 150 °C bis 900 °C in trockenen Feststoffproben von Sediment, Boden, Boden mit anthropogenen Beimengungen sowie festen Abfällen (siehe Tabelle 1) mit Gehalten von mehr als 1 g Kohlenstoff je kg (0,1 % C) (je Kohlenstoffart in der Messprobe).

ANMERKUNG Der TIC_{900} umfasst den TIC, der nach der Säurezugabe z. B. nach ISO 10694 oder EN 15936 gemessen wird. TOC_{400} ist eine Fraktion des TOC gemessen z. B. nach ISO 10694 oder EN 15936.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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).

EN 16179, *Schlamm, behandelter Bioabfall und Boden — Anleitung zur Probenvorbehandlung*

EN 15002, *Charakterisierung von Abfällen — Herstellung von Prüfmengen aus der Laborprobe*

ISO 11464, *Soil quality — Pretreatment of samples for physico-chemical analysis*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

— IEC Electropedia: verfügbar unter <https://www.electropedia.org/>

— ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>

3.1

gesamter organischer Kohlenstoff, der bis 400 °C freigesetzt wird

TOC_{400} , en: total organic carbon

Kohlenstoffgehalt, der bei trockener Verbrennung im Sauerstoffstrom im Bereich von 150 °C bis (400 ± 20) °C bis zum 1. Signalminimum nach Ablauf der Mindestverweilzeit bei (400 ± 20) °C bestimmt wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Der TOC_{400} ist der Anteil des TOC, der z. B. nach ISO 10694 oder EN 15936 gemessen wird.

3.2

restlicher oxidierbarer Kohlenstoff, gemessen bei 600 °C

ROC_{600} , en: residual oxidizable carbon

Kohlenstoffgehalt, der bei trockener Verbrennung im Sauerstoffstrom zwischen den Signalminima (400 ± 20) °C und bei (600 ± 20) °C nach Ablauf der Mindestverweilzeit bei (600 ± 20) °C entsprechend dem Verfahren A (siehe 8.4) bestimmt wird

Anmerkung 1 zum Begriff: ROC_{600} kann sich bei einigen Materialien von ROC_{900} unterscheiden.

3.3

restlicher oxidierbarer Kohlenstoff, gemessen bei 900 °C

ROC₉₀₀, en: residual oxidizable carbon

Kohlenstoffgehalt, der bei trockener Verbrennung im Sauerstoffstrom nach der vollständigen Freisetzung von Kohlenstoff nach TOC₄₀₀- und TIC_{900B}-Messung bei (900 ± 20) °C bis zum ersten Signalminimum nach der Mindestverweilzeit bei (900 ± 20) °C entsprechend dem Verfahren B (siehe 8.5) bestimmt wird

Anmerkung 1 zum Begriff: ROC₉₀₀ kann sich bei einigen Materialien von ROC₆₀₀ unterscheiden.

3.4

gesamter anorganischer Kohlenstoff, der bis 900 °C im Sauerstoffstrom freigesetzt wird

TIC_{900A}, en: total inorganic carbon

Kohlenstoffgehalt, der unter trockener Verbrennung im Sauerstoffstrom zwischen den Signalminima bei (600 ± 20) °C und bei (900 ± 20) °C nach einer Mindestverweilzeit bei (900 ± 20) °C nach Verfahren A (siehe 8.4) bestimmt wird

Anmerkung 1 zum Begriff: TIC_{900A} kann sich bei einigen Materialien von TIC_{900B} unterscheiden.

3.5

gesamter anorganischer Kohlenstoff, der bis 900 °C unter nicht oxidativen Bedingungen freigesetzt wird

TIC_{900B}, en: total inorganic carbon

Kohlenstoffgehalt, der unter nicht oxidativen Bedingungen zwischen den Signalminima bei (400 ± 20) °C und bei (900 ± 20) °C nach Ablauf der Mindestverweilzeit bei (900 ± 20) °C vor der Messung von ROC_{900B} nach Verfahren B (siehe 8.5) bestimmt wird

Anmerkung 1 zum Begriff: TIC_{900B} kann sich bei einigen Materialien von TIC_{900A} unterscheiden.

3.6

Gesamtkohlenstoff

TC, en: total carbon

Kohlenstoffgehalt in der Probe, der die Summe aus organischem (TOC₄₀₀), anorganischem (TIC_{900A} oder TIC_{900B}) und restlichem oxidierbarem Kohlenstoff (ROC₆₀₀ oder ROC₉₀₀) darstellt

4 Kurzbeschreibung

Die Bestimmung von organischem Kohlenstoff (TOC₄₀₀), restlichem oxidierbarem Kohlenstoff (ROC₆₀₀ oder ROC₉₀₀) und anorganischem Kohlenstoff (TIC_{900A} oder TIC_{900B}) in Feststoffen erfolgt durch thermische Oxidation bzw. Zersetzung der unterschiedlichen Kohlenstofffraktionen bei unterschiedlichen Temperaturen zu CO₂, gegebenenfalls unterstützt durch den Wechsel zwischen oxidativen und nicht oxidativen Trägergasen.

Mit dem Gradienten-Verfahren ist bei Anwendung eines geeigneten Temperatur-Programms die Bestimmung von organischem Kohlenstoff (TOC₄₀₀), restlichem oxidierbarem Kohlenstoff (ROC) und anorganischem Kohlenstoff (TIC₉₀₀) sowie die Berechnung des Gesamtkohlenstoffs (TC) durch Aufsummierung dieser Gehalte möglich.

Die Endbestimmung des CO₂ kann mit verschiedenen Verfahren durchgeführt werden, z. B. durch Infrarot-Detektion oder durch CO₂-empfindliche Sensoren.

5 Störungen

5.1 Störungen durch Carbide

Einige Carbide können dieses Verfahren stören.