

DIN EN ISO 12782-4

ICS 13.080.10

**Bodenbeschaffenheit –
Parameter zur geochemischen Modellierung der Elution und Speziation
von Bestandteilen in Böden und Materialien –
Teil 4: Extraktion von Huminstoffen aus Feststoffproben
(ISO 12782-4:2012);
Deutsche Fassung EN ISO 12782-4:2012**

Soil quality –

Parameters for geochemical modelling of leaching and speciation of constituents in soils and materials –

Part 4: Extraction of humic substances from solid samples (ISO 12782-4:2012);

German version EN ISO 12782-4:2012

Qualité du sol –

Paramètres pour la modélisation géochimique de la lixiviation et de la spéciation des constituants des sols et des matériaux –

Partie 4: Extraction des substances humiques des échantillons solides
(ISO 12782-4:2012);

Version allemande EN ISO 12782-4:2012

Gesamtumfang 32 Seiten

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 12782-4:2012) 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 (Niederlande) gehalten wird. Die vorbereitenden Arbeiten wurden von der Arbeitsgruppe „Leaching tests“ (WG 6) des ISO/TC 190/SC 7 durchgeführt (Sekretariat: DIN, Deutschland).

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Unterausschuss NA 119-01-02-05 UA „Eluierungsverfahren“ des NA 119-01-02 AA „Abfall- und Bodenuntersuchung“ im Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN.

Seitens Deutschlands wurde gegen die Veröffentlichung der Normenreihe gestimmt, da die Verfahren nicht validiert sind.

Die Normenreihe ISO 12782 besteht aus den folgenden Teilen unter dem Haupttitel *Soil quality — Parameters for geochemical modelling of leaching and speciation of constituents in soils and materials*:

- *Part 1: Extraction of amorphous iron oxides and hydroxides with ascorbic acid*
- *Part 2: Extraction of crystalline iron oxides and hydroxides with dithionite*
- *Part 3: Extraction of aluminium oxides and hydroxides with ammonium oxalate/oxalic acid*
- *Part 4: Extraction of humic substances from solid samples*
- *Part 5: Extraction of humic substances from aqueous samples*

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 3696	siehe DIN ISO 3696
ISO 5667-3	siehe DIN EN ISO 5667-3
ISO 8245	siehe DIN ISO 8245
ISO 10381-1	siehe DIN ISO 10381-1
ISO 10381-2	siehe DIN ISO 10381-2
ISO 10381-3	siehe DIN ISO 10381-3
ISO 10381-4	siehe DIN ISO 10381-4
ISO 10381-5	siehe DIN ISO 10381-5
ISO 10381-6	siehe DIN ISO 10381-6
ISO 11277	siehe DIN ISO 11277
ISO 11465	siehe DIN ISO 11465

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen*

DIN EN ISO 5667-3, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 3: Anleitung zur Konservierung und Handhabung von Wasserproben*

DIN ISO 8245, *Wasserbeschaffenheit — Richtlinien zur Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC)*

DIN ISO 10381-1, *Bodenbeschaffenheit — Probenahme — Teil 1: Anleitung zur Aufstellung von Probenahmeprogrammen*

DIN ISO 10381-2, *Bodenbeschaffenheit — Probenahme — Teil 2: Anleitung für Probenahmeverfahren*

DIN ISO 10381-3, *Bodenbeschaffenheit — Probenahme — Teil 3: Anleitung zur Sicherheit*

DIN ISO 10381-4, *Bodenbeschaffenheit — Probenahme — Teil 4: Anleitung für das Vorgehen bei der Untersuchung von natürlichen, naturnahen und Kulturstandorten*

DIN ISO 10381-5, *Bodenbeschaffenheit — Probenahme — Teil 5: Anleitung für die Vorgehensweise bei der Untersuchung von Bodenkontaminationen auf urbanen und industriellen Standorten*

DIN ISO 10381-6, *Bodenbeschaffenheit — Probenahme — Teil 6: Anleitung zur Entnahme, Behandlung und Lagerung von Boden unter aeroben Bedingungen für die Beurteilung mikrobiologischer Prozesse sowie der Biomasse und der Diversität unter Laboratoriumsbedingungen*

DIN ISO 11277, *Bodenbeschaffenheit — Bestimmung der Partikelgrößenverteilung in Mineralböden — Verfahren mittels Siebung und Sedimentation*

DIN ISO 11465, *Bodenbeschaffenheit — Bestimmung der Trockensubstanz und des Wassergehalts auf Grundlage der Masse — Gravimetrisches Verfahren*

— Leerseite —

Deutsche Fassung

Bodenbeschaffenheit - Parameter zur geochemischen
Modellierung der Elution und Speziation von Bestandteilen in
Böden und Materialien - Teil 4: Extraktion von Humusstoffen aus
Feststoffproben (ISO 12782-4:2012)

Soil quality - Parameters for geochemical modelling of
leaching and speciation of constituents in soils and
materials - Part 4: Extraction of humic substances from
solid samples (ISO 12782-4:2012)

Qualité du sol - Paramètres pour la modélisation
géochimique de la lixiviation et de la spéciation des
constituants des sols et des matériaux - Partie 4: Extraction
des substances humiques des échantillons solides (ISO
12782-4:2012)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 31. Mai 2012 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 Management-Zentrum des CEN-CENELEC 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, Rumänien, Schweden, der Schweiz, 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

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

Inhalt

Seite

Vorwort	3
Einleitung	4
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	8
5 Geräte	8
6 Reagenzien	9
7 Probenvorbehandlung	10
7.1 Probenmenge	10
7.2 Verringerung der Korngröße	10
7.2.1 Allgemeines	10
7.2.2 Verringerung der Korngröße von Boden	10
7.2.3 Verringerung der Korngröße von Abfall	10
7.3 Bestimmung des Trockenrückstands	11
7.4 Analysenteilprobe	11
8 Durchführung	12
8.1 Vorbereitung von DAX-8-Harz	12
8.2 Bestimmung des Gesamtgehalts an Huminsäure (HA), Fulvosäure (FA) und hydrophilem organischen Kohlenstoff (Hy) in festen Proben	12
9 Behandlung und Lagerung des Eluats	13
10 Analytische Bestimmung	13
11 Blindversuch	13
12 Berechnung	13
12.1 Allgemeine Korrekturfaktoren für die Berechnung von Huminsäure (HA), Fulvosäure (FA), hydrophilem organischen Kohlenstoff (Hy) und hydrophobem neutralen organischen Kohlenstoff (HON) in flüssigen und festen Proben	13
12.2 Berechnung der Gesamtkonzentrationen von Huminsäure (HA), Fulvosäure (FA), hydrophilem organischen Kohlenstoff (Hy) und hydrophobem neutralen organischen Kohlenstoff (HON) in festen Proben	14
13 Angabe der Ergebnisse	17
14 Prüfbericht	17
15 Verfahrenskenndaten	17
Anhang A (informativ) Schematische Darstellung des Fraktionierungsverfahrens	18
Anhang B (informativ) Validierung des Verfahrens	19
B.1 Allgemeines	19
B.2 Anmerkungen zur Verwendung von gereinigtem DAX-8	19
B.3 Voruntersuchungen des Leistungsverhaltens von DAX-8 und XAD-8	19
B.4 Konzentrationsabhängiges Ausfällungsverhalten von HA	21
B.5 Chemische Charakterisierung von HA-Ausfällungen bei unterschiedlichen Konzentrationen	21
Anhang C (informativ) Zentrifugationsbedingungen	24
C.1 Allgemeines	24
C.2 Berechnungsbeispiel	25
Literaturhinweise	27

Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 12782-4:2012) 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.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Dezember 2012, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Dezember 2012 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Texte dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN [und/oder CENELEC] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

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

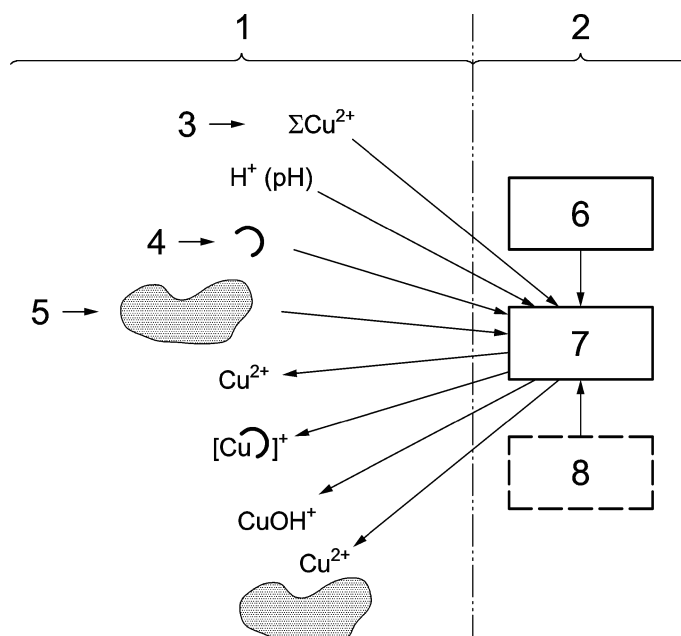
Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 12782-4:2012 wurde vom CEN als EN ISO 12782-4:2012 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Einleitung

Neben Elutionsverfahren für die anschließende chemische und ökotoxikologische Prüfung von Böden und anderen Materialien einschließlich Abfall werden Vorhersagemodelle zu einem unentbehrlichen Werkzeug zur Umweltverträglichkeitsprüfung dieser Materialien. Modelle sind insbesondere dann erforderlich, wenn die Ergebnisse der Laborprüfungen zur Elution im Hinblick auf die Beurteilung der Risiken sowohl der Schadstoffmigration als auch der Bioverfügbarkeit auf bestimmte Szenarien im Freiland zu übertragen sind.

In den vergangenen Jahren haben sich geochemische Modelle als wertvolle Instrumente zur Kombination mit den sich aus Normen zur Charakterisierung der Elution stammenden Daten erwiesen, wie beispielsweise die Prüfung der Abhängigkeit vom pH-Wert und die Perkulationsprüfung. Diese Modelle haben den Vorteil, dass sie auf grundlegenden thermodynamischen Parametern beruhen, die allgemeingültig sind. Um die Labordaten der Elution auf die Mobilität und/oder die Bioverfügbarkeit eines Bestandteils in einem bestimmten Anwendungsfall extrapolieren zu können, erfordern diese Modelle zusätzliche Eingangsparameter für bestimmte Bodeneigenschaften (siehe Bild 1).



Legende

- | | |
|---|---------------------------------------|
| 1 Versuch | 5 reaktive (feste) Oberflächen |
| 2 Modellierung der geochemischen Speziation | 6 Datenbank mit Stabilitätskonstanten |
| 3 verfügbare Metallkonzentration | 7 Rechnerprogramm |
| 4 gelöste Huminstoffe | 8 Voraussetzungen |

Bild 1 — Zusammenhang zwischen Versuchsdaten aus Prüfungen zur Elution/Extraktion im Laboratorium und geochemischer Modellierung der Speziation von Schwermetallen in der Umwelt (modifiziert nach M. Gfeller & R. Schulín, ETH, Zürich)

Die Normen zur Charakterisierung der Elution enthalten Angaben zu den Konzentrationen der interessierenden Schadstoffe, insbesondere in Abhängigkeit vom pH-Wert und vom Flüssigkeits-/Feststoffverhältnis (L/S). Außerdem liefert eine vollständigere Analyse der Elutionsmittel Angaben zur hauptsächlichen Ionenzusammensetzung und zum gelösten organischen Kohlenstoff (DOC); Parameter, die besonders für die chemische Speziation der Bestandteile durch Prozesse wie Ausfällung, Komplexbildung und Konkurrenzreaktion bei der Adsorption an reaktiven mineralischen und organischen Oberflächen im Boden von Bedeutung sind. Wie in Bild 1 am Beispiel von Kupfer dargestellt, ermöglicht die geochemische Modellierung die Berechnung der Verteilung des Metalls innerhalb dieser verschiedenen chemischen Spezies im interessierenden System. Dies liefert notwendige Angaben für die Risikobeurteilung, da diese unterschiedlichen chemischen Formen unterschiedliche Rollen hinsichtlich der Mobilität und der Bioverfügbarkeit des Metalls im Boden spielen. Neben den aus Normen zur Elution gewonnenen Angaben (bei deren aktuellem Stand der Entwicklung/Festlegung) sind zwei weitere Arten von Angaben erforderlich:

- a) die „verfügbare“ Konzentration (in einigen Fällen auch als „aktive“ oder „austauschbare“ Konzentration bezeichnet) der Bestandteile in der festen Phase gegenüber der durch die Zerstörung der festen Matrix durch Säure bestimmten Gesamtkonzentration. Diese „verfügbare“ Konzentration kann durch Auswaschen bei einem geringen pH-Wert erreicht werden, ein Zustand, der erreicht wird, indem der pH-Wert-Bereich in der vom pH-Wert abhängigen Elutionsprüfung (ISO/TS 21268-4) bis auf einen pH-Wert von $\approx 0,5$ bis ≈ 1 erweitert wird;
- b) die Konzentration von reaktiven organischen und mineralischen Oberflächen im Boden, die die wesentlichen Binde(Adsorptions-)stellen für die meisten Bestandteile in der Bodenmatrix darstellen.

Die hauptsächlichen reaktiven Oberflächen, die die Bindung von Bestandteilen an die Bodenmatrix durch Sorptionsprozesse steuern, sind partikuläre organische Substanzen sowie Eisen- und Aluminium(hydr)oxide. Es ist allgemein anerkannt, dass die Reaktivität dieser mineralischen oder organischen Oberflächen in Abhängigkeit von ihrer spezifischen Oberfläche/Oberflächenkristallinität (Eisen- und Aluminium(hydr)oxid) und Zusammensetzung (organische Substanzen) stark schwanken kann. Wenn die Ergebnisse zur Verwendung bei der vorstehend beschriebenen geochemischen Modellierung in Verbindung mit Elutionsprüfungen vorgesehen sind, ist es wichtig, dass die Verfahren für die reaktiven Oberflächen, für die ebenfalls generische thermodynamische Adsorptionsparameter für die wichtigsten Hauptelemente und Spurenelemente verfügbar sind, selektiv sind.

Diese reaktiven Oberflächen wurden sowohl in Böden als auch in zahlreichen anderen Materialien gefunden, für die die Elution von Bestandteilen von Bedeutung ist. Es wurde aufgezeigt, dass die Bindungseigenschaften dieser Oberflächen eine allgemeine Rolle bei der Speziation und Elution von Bestandteilen bei diesen verschiedenen Materialien spielen. Ein vergleichbarer geochemischer Modellierungsansatz, bei dem die Eingangsdaten für das Modell teilweise oder vollständig aus der Normenreihe ISO 12782 stammen, wurde beispielsweise erfolgreich auf unterschiedliche Böden [3], veränderte Böden [4] [5], Asche aus städtischen Öfen zur Müllverbrennung [6], Metallhüttenschlacke [7] [8], Bauxitrückstände [9] und aufbereitete Betonzuschlagstoffe [10] angewendet. Somit erstreckt sich der Anwendungsbereich der Normenreihe ISO 12782 von Böden bis Materialien, einschließlich Bodenverbesserungsmittel und Abfallprodukte.

Das Ziel des vorliegenden Teils der ISO 12782 ist es, wichtige reaktive organische Oberflächen in Böden und in Materialien zu bestimmen, für die generische thermodynamische Adsorptionsparameter bestehen, d. h. Huminsäuren und Fulvosäuren. Das Verfahren beruht auf [11], wobei die generischen thermodynamischen Adsorptionsparameter für Huminsäuren und Fulvosäuren in [12] [13] enthalten sind.

Thermodynamische Parameter für andere Adsorptionsmodelle als in [12] [13] verwendet, sind ebenfalls in der Literatur verfügbar und können ebenfalls verwendet werden, um die Bindung der Bestandteile an Huminsäuren und Fulvosäuren zu modellieren.

Das Verfahren [14] beruht auf einem herkömmlichen Verfahren zur Isolierung und Reinigung [11], das von der International Humic Substances Society (IHSS) ebenfalls angewendet wird.

1 Anwendungsbereich

Der vorliegende Teil der ISO 12782 legt ein Verfahren zur Bestimmung der Konzentration von Huminstoffen in Böden und in anderen Materialien fest. Andere Materialien schließen ebenfalls Abfall ein. Der Gehalt an Huminstoffen kann als Vorgabe in geochemischen Modellen verwendet werden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente 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 3696, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*

ISO 5667-3, *Water quality — Sampling — Part 3: Preservation and handling of water samples*

ISO 8245, *Water quality — Guidelines for the determination of total organic carbon (TOC) and dissolved organic carbon (DOC)*

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

ISO 10381-2, *Soil quality — Sampling — Part 2: Guidance on sampling techniques*

ISO 10381-3, *Soil quality — Sampling — Part 3: Guidance on safety*

ISO 10381-4, *Soil quality — Sampling — Part 4: Guidance on the procedure for investigation of natural, near-natural and cultivated sites*

ISO 10381-5, *Soil quality — Sampling — Part 5: Guidance on the procedure for the investigation of soil contamination of urban and industrial sites*

ISO 10381-6, *Soil quality — Sampling — Part 6: Guidance on the collection, handling and storage of soil under aerobic conditions for the assessment of aerobic microbial processes in the laboratory*

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

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

EN 14899, *Charakterisierung von Abfällen — Probenahme von Abfällen — Rahmen für die Erstellung und Anwendung eines Probenahmeplans*

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

CEN/TR 15310-3, *Charakterisierung von Abfall — Probenahme — Teil 3: Verfahren zur Teilprobenahme im Gelände*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

gelöster organischer Kohlenstoff DOC

(en: dissolved organic carbon)

im Wasser enthaltener, organisch gebundener Kohlenstoff aus Verbindungen (einschließlich Cyanat und Thiocyanat), die ein Membranfilter der Porenweite 0,45 µm passieren