

Bodenbeschaffenheit
Bestimmung von
wasser- und säurelöslichem Sulfat
 (ISO 11048 : 1995)

DIN
ISO 11048

ICS 13.080

Deskriptoren: Bodenbeschaffenheit, Gehaltsbestimmung, Sulfat

Soil quality — Determination of water-soluble and acid-soluble sulfate (ISO 11048 : 1995)

Qualité du sol — Dosage du sulfate soluble dans l'eau et dans l'acide (ISO 11048 : 1995)

Die Internationale Norm ISO 11048 : 1995-05-01, "Soil quality — Determination of water-soluble and acid-soluble sulfate", ist unverändert in diese Deutsche Norm übernommen worden.

Nationales Vorwort

Diese Internationale Norm wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 190 "Bodenbeschaffenheit" aufgestellt. Das zuständige nationale Gremium ist der Arbeitsausschuß I B 3 "Boden — Chemische Bodenuntersuchungsverfahren" im Normenausschuß Wasserwesen (NAW).

Es wird empfohlen, bei den Arbeiten nach dieser Norm Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten. Für die in Abschnitt 1.2 und Anhang A zitierten Internationalen Normen wird im folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 3696 siehe DIN ISO 3696

ISO 5725 siehe DIN ISO 5725

ISO 9280 siehe DIN 38405-5

ISO 11464 siehe DIN ISO 11464

ISO 11465 siehe DIN ISO 11465

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 3696

Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen

DIN ISO 5752

Präzision von Meßverfahren — Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision von festgelegten Meßverfahren durch Ringversuche

DIN ISO 11464

Bodenbeschaffenheit — Probenvorbehandlung für physikalisch-chemische Untersuchungen

DIN ISO 11465

Bodenbeschaffenheit — Bestimmung des Trockenrückstands und des Wassergehalts auf Grundlage der Masse — Gravimetrisches Verfahren

DIN 38405-5

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Anionen (Gruppe D) — Bestimmung der Sulfat-Ionen (D5)

Fortsetzung Seite 2 bis 15

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

Nationaler Anhang NB (informativ)

Hinweise zu Anmerkung 1 (siehe 2.3.2)

Abgesehen von der Schwierigkeit, Gipsstücke von z. B. Carbonaten visuell zu unterscheiden, führt das Auslesen von Gipsstücken und das Zuschlagen zu der Untersuchungsprobe dazu, daß der Sulfatgehalt der Untersuchungsprobe wesentlich erhöht wird. Er entspricht dann nicht mehr dem Gehalt des Gesamtbodens, es sei denn, der Massenanteil der Kornfraktion ≥ 2 mm wird festgestellt, das Ergebnis korrigiert und auf die gesamte Probenmasse (< 2 mm und ≥ 2 mm) bezogen. Wenn grobkörniger Gips zu vermuten ist, wäre es besser, die gesamte Probe zu trocknen, aufzumahlen und zu untersuchen. Damit wäre das Problem umgangen, Gipsstücke aus dem Boden heraussuchen zu müssen.

Deutsche Übersetzung

Bodenbeschaffenheit

Bestimmung von wasser- und säurelöslichem Sulfat

Die ISO (Internationale Organisation für Normung) ist die weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitglieds Körperschaften). Die Erarbeitung Internationaler Normen obliegt den Technischen Komitees der ISO. Jede Mitglieds Körperschaft, die sich für ein Thema interessiert, für das ein Technisches Komitee eingesetzt wurde, ist berechtigt, in diesem Komitee mitzuarbeiten. Internationale (staatliche und nichtstaatliche) Organisationen, die mit der ISO in Verbindung stehen, sind an den Arbeiten ebenfalls beteiligt. Die ISO arbeitet bei allen Angelegenheiten der elektrotechnischen Normung eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die von den Technischen Komitees verabschiedeten internationalen Norm-Entwürfe werden den Mitglieds Körperschaften zur Abstimmung vorgelegt. Die Veröffentlichung als Internationale Norm erfordert Zustimmung von mindestens 75 % der abstimmenden Mitglieds Körperschaften.

Die Internationale Norm ISO 11048 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 190, Bodenbeschaffenheit, Unterkomitee 3, Chemische Verfahren und Bodenmerkmale, erstellt.

Anhang A dieser Internationalen Norm ist nur zur Information.

Hauptabschnitt 1: Allgemeines

1.1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt Verfahren zur Herstellung von wäßrigen und Säureextrakten lufttrockener Böden und bodenartiger Materialien fest. Der Sulfatgehalt dieser Auszüge wird mittels eines gravimetrischen Verfahrens bestimmt, bei welchem dem wäßrigen oder Säureextrakt Bariumchlorid zugesetzt und der Niederschlag von Bariumsulfat getrocknet und gewogen wird. Der Sulfatgehalt wird dann aus der Masse des in der Analyse verwendeten Materials und der Masse des ausgefällten Bariumsulfates berechnet.

Diese Internationale Norm ist auf alle Arten lufttrockener Böden anwendbar, z. B. vorbehandelt nach ISO 11464.

Diese Internationale Norm besteht aus sieben Hauptabschnitten:

Hauptabschnitt 1: Allgemeines

Hauptabschnitt 2: Vorbehandlung von Proben und Bestimmung des Trockenmasseanteils

Hauptabschnitt 3: Extraktion von Boden mit Wasser im Verhältnis von 1 Massenanteil Boden : 5 Volumenanteile Wasser

Hauptabschnitt 4: Extraktion von Boden mit Wasser im Verhältnis von 1 Massenanteil Boden : 2 Volumenanteile Wasser

Hauptabschnitt 5: Extraktion von Boden mit verdünnter Salzsäure

Hauptabschnitt 6: Bestimmung von Sulfat in der Lösung durch ein gravimetrisches Verfahren unter Verwendung von Bariumchlorid

Hauptabschnitt 7: Verfahrenskenndaten und Prüfbericht

1.2 Normative Verweisungen

Die folgenden normativen Dokumente enthalten Festlegungen, die durch Verweisung in diesem Text Bestandteil der vorliegenden Internationalen Norm sind. Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieser Internationalen Norm waren die angegebenen Ausgaben gültig. Alle Normen unterliegen der Überarbeitung. Vertragspartner, deren Vereinbarungen auf dieser Internationalen Norm basieren, werden gebeten, die Möglichkeit zu prüfen, ob die jeweils neuesten Ausgaben der im folgenden genannten Normen angewendet werden können. Die Mitglieder von IEC und ISO führen Verzeichnisse der gegenwärtig gültigen Internationalen Normen.

ISO 3696 : 1987

Water quality — Water for analytical laboratory use — Specification and test methods

ISO 9280 : 1990

Water quality — Determination of sulfate — Gravimetric method using barium chloride

ISO 11464 : 1994

Soil quality — Pretreatment of soil samples for physico-chemical analyses

ISO 11465 : 1993

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

1.3 Grundlagen

Proben aus lufttrockenem Boden werden extrahiert mit:

- verdünnter Salzsäure oder
- Wasser im Masse/Volumen-Verhältnis
Boden : Wasser von 1 : 2 oder 1 : 5.

Der Sulfatgehalt dieser Extrakte wird mittels gravimetrischen Verfahrens bestimmt. Dabei wird dem wäßrigen oder dem Säureextrakt Bariumchlorid zugesetzt und die Fällung von Bariumsulfat getrocknet und gewogen. Der Sulfatgehalt wird dann aus der Masse des für die Analyse verwendeten Bodens und der Masse des ausgefällten Bariumsulfates berechnet.

Hauptabschnitt 6 ist ähnlich ISO 9280.

Es ist bekannt, daß es andere geeignete Verfahren zur Bestimmung von Sulfat gibt, jedoch werden sie in dieser Norm nicht behandelt. Geeignete Verfahren können sein: Barium-Direkttitrimetrie, Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma, Fließinjektionsanalyse mit einem Trübungsverfahren, indirekte Fließspektralphotometrie mit 2-Aminoperimidin, Durchflußkolorimetrie mit Luftsegmentierung mit Methyl-Thymol-Blau und Ionenchromatografie. Bezüglich Anwendbarkeit und Grenzen derartiger Verfahren sollten die geeigneten Internationalen und nationalen Normen berücksichtigt werden.

1.4 Anwendbarkeit und Grenzen

Die in den Hauptabschnitten 3 und 4 angegebenen Verfahren werden für die Extraktion von Sulfat aus Böden und für die Einschätzung der "Verfügbarkeit" von Sulfat für Pflanzen (eine Reihe von Extraktionslösungen sind für diesen Zweck verwendet worden, und keine hat sich als grundsätzlich einsetzbar für alle Bodenarten und Klimate gezeigt) als wichtig angesehen. Es sollte berücksichtigt werden, daß es keine nachweisbare Beziehung zwischen dem wasserextrahierbaren Sulfat und einer erforderlichen Schwefeldüngung gibt. Das Verfahren in Hauptabschnitt 4 ist auch für die potentielle Sulfataggressivität auf Baustoffe, speziell Beton, anwendbar.

Die Verwendung der in den Hauptabschnitten 4, 5 und 6 beschriebenen Verfahren sollte die Unterscheidung stark wasserlöslicher Sulfate von solchen mit eingeschränkter Löslichkeit, wie z. B. Gips ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), ermöglichen.

Hauptabschnitt 6 ist auf Massenkonzentrationen an Sulfationen (SO_4^{2-}) von 10 mg/l und mehr anwendbar, d. h. bezogen auf die Verfahren in den Hauptabschnitten 3 und 4 auf minimale wasserlösliche Massenanteile in lufttrockenem Boden von etwa 50 mg/kg und 20 mg/kg (0,005 bzw. 0,002 Massenanteile in %) und bezogen auf das Verfahren in Hauptabschnitt 5 auf einen säurelöslichen Massenanteil in lufttrockenem Boden von ungefähr 500 mg/kg (0,05 Massenanteile in %).

Wenn Konzentrationen in der Lösung niedriger als diese Werte sind, wird ein Aufkonzentrierungsschritt erforderlich, oder es sollte ein empfindlicheres Analyseverfahren als das in Hauptabschnitt 6 beschriebene Verfahren verwendet werden [z. B. Ionenchromatografie oder Atomemissionsspektrometrie (AES), z. B. mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP)].

In den meisten Fällen erfordert eine vollständige Charakterisierung eines Bodens im Hinblick auf die Gehalte und die Art der vorhandenen Sulfate, daß Bestimmungen sowohl nach dem Verfahren in Hauptabschnitt 5 als auch entweder nach Hauptabschnitt 3 oder Hauptabschnitt 4, oder beiden, durchgeführt werden, je nachdem, welche Vorgehensweise für den Zweck der Bodenuntersuchung geeignet ist.

Die beschriebenen Verfahren sollten für eine Reihe von Böden, einschließlich Ackerböden und Material von kontaminierten Standorten, geeignet sein. Es kann jedoch nicht erwartet werden, daß ein einziges Verfahren universell anwendbar ist. Anwender müssen dies berücksichtigen und darauf vorbereitet sein, daß manchmal Schwierigkeiten bei der Analyse auftreten können.

Sulfidhaltige Böden können spezielle Aufmerksamkeit erfordern (siehe Anmerkung 7 zu 5.1).

Böden von einigen kontaminierten Standorten, z. B. Standorte früherer Gaswerke und Abraumhalden von Kohlenruben, können eine Vielzahl von Schwefelspezies enthalten (z. B. elementaren Schwefel, Sulfat, Sulfit, Thiosulfat, Thiocyanat), die bei sich ändernden chemischen Bedingungen und/oder mikrobieller Wirkung ineinander übergehen können. Das Vorhandensein anderer Ionen kann die Löslichkeiten beeinflussen. Somit kann aus diesen Gründen besondere Vorsicht bei der Behandlung und Herstellung der Probe und bei der Auswertung der Ergebnisse erforderlich sein.

Die Grenzen des Verfahrens in Hauptabschnitt 6, im Hinblick auf zulässige Konzentrationen anderer Ionen, sind bekannt.

Da die beschriebenen Verfahren ausschließlich empirischer Art sind, kann es vorkommen, daß die ermittelten Sulfatgehalte nicht ganz mit den tatsächlich im Boden vorhandenen übereinstimmen, obwohl die Vergleichbarkeit der Ergebnisse gut sein mag.

Wegen der begrenzten Löslichkeit einiger Sulfate (z. B. Calciumsulfat) und möglicher Störungen durch andere Ionen ist es möglich, daß eine einzige Extraktion nach dem in Hauptabschnitt 3 beschriebenen Verfahren nicht zu einem wahren Wert für das wasserextrahierbare Gesamt-Sulfat führt. Dieses Problem kann entweder durch ein- oder mehrmalige Wiederholung der Extraktion an derselben Probe oder durch eine wesentliche Erhöhung des Verhältnisses Wasser : Boden bei einmaliger Extraktion gelöst werden.

Eine andere Möglichkeit besteht darin, eine gepufferte Extraktionslösung zu verwenden, die die Löslichkeit der vorhandenen Sulfate verbessert, jedoch liegen derartige Verfahren außerhalb des Anwendungsbereiches dieser Internationalen Norm.

Wenn Calciumsulfat die einzige im Boden vorhandene Sulfatform ist, wird die Sulfatkonzentration im Extrakt 1441 mg SO_4^{2-} /l bei 20°C nicht übersteigen. Das bedeutet, daß die maximale Sulfatmenge, die aus einem derartigen Boden nach dem Verfahren in Hauptabschnitt 3 extrahiert werden kann, etwa 7 205 mg (10 g Boden : 50 ml Wasser) und nach dem Verfahren in Hauptabschnitt 4 2 882 mg SO_4^{2-} /kg (50 g Boden : 100 ml Wasser) beträgt.

Hauptabschnitt 2: Vorbehandlung von Proben und Bestimmung des Trockenmasseanteils

2.1 Anwendungsbereich

Dieser Hauptabschnitt beschreibt Verfahren für die Herstellung von lufttrockenen Untersuchungsproben für die in den Hauptabschnitten 3 bis 5 dieser Internationalen Norm aufgeführten Extraktionsverfahren.

2.2 Bestimmung des Trockenmasseanteils

Den Anteil an Trockenmasse der feldfeuchten und lufttrockenen Materialien nach ISO 11465 bestimmen, jedoch bei einer Temperatur von höchstens 75 °C bis 80 °C (wenn Gips vorhanden ist, besteht die Gefahr des Verlustes von Kristallwasser bei höheren Temperaturen).

2.3 Herstellung von Bodenproben für die Extraktion mit Wasser im Verhältnis 1 Massenanteil Boden : 5 Volumenanteile Wasser oder für die Extraktion mit verdünnter Säure.

2.3.1 Geräte

Folgende Geräte sind zusätzlich zu den in ISO 11465 festgelegten Geräten für die Herstellung einer einzelnen Untersuchungsprobe erforderlich.

2.3.1.1 Exsikkator mit wasserfreiem Silicagel.

2.3.1.2 Glasbehälter für etwa 10 g Boden, mit Schliffstopfen.

2.3.2 Herstellung der Untersuchungsprobe

Jede Untersuchungsprobe für die Analyse aus der Laboratoriumsprobe wie folgt herstellen:

Eine Laboratoriumsprobe in einer für alle Prüfungen ausreichenden Menge durch ein Sieb mit einer Maschenweite von 2 mm geben und nach den in ISO 11464 beschriebenen Verfahren trocknen und herstellen.

Das durch das Sieb mit einer Maschenweite von 2 mm gesiebte Material durch aufeinanderfolgendes Riffeln oder auf andere Weise teilen (siehe ISO 11464), um eine Probe mit einer Masse von etwa 100 g herzustellen.

Diese Fraktion mahlen, damit sie durch ein Sieb mit einer Maschenweite von 250 µm hindurchgeht.

Die Probe durch aufeinanderfolgendes Teilen mit Hilfe eines Riffelbretts unterteilen, um eine Untersuchungsprobe mit einer Masse von etwa 10 g herzustellen (falls erforderlich, können bei diesem Verfahrensschritt zusätzliche Untersuchungsproben hergestellt werden).

Die Untersuchungsprobe in einen geeigneten Glasbehälter (2.3.1.2) geben und bei einer Temperatur von höchstens 40 °C trocknen. Die Untersuchungsprobe wird als trocken angesehen, wenn sich in aufeinanderfolgenden Wägungen im Abstand von 4 h die Probenmasse um nicht mehr als 0,1 Massenanteile verändert.

Die Untersuchungsprobe(n) im Exsikkator (2.3.1.1) abkühlen.

ANMERKUNG 1: Es wird angenommen, daß die auf dem Prüfsieb mit einer Maschenweite von 2 mm verbliebenen Stoffe keine Sulfate enthalten. Dies stimmt im allgemeinen, jedoch können bestimmte Böden Gipsstücke enthalten, deren Durchmesser größer als 2 mm ist. In derartigen Fällen sollte der Gips von Hand entfernt und soweit zerkleinert werden, daß er durch das 2-mm-Prüfsieb fällt, und der bereits gesiebten Fraktion zugegeben werden kann.

ANMERKUNG 2: Andere geeignete mechanische Probenteiler können anstelle der Riffelkästen verwendet werden, vorausgesetzt, sie sind der Pro-

bengröße und der Korngrößenverteilung der Proben angepaßt, oder es kann alternativ das manuelle Verfahren der Viertelung eines aufgeschütteten Probenkegels verwendet werden.

2.4 Herstellung von Bodenproben für die Extraktion mit Wasser im Verhältnis 1 Massenanteil Boden : 2 Volumenanteile Wasser

2.4.1 Geräte

Folgende Geräte sind zusätzlich zu den in ISO 11465 festgelegten Geräten für die Herstellung einer einzelnen Untersuchungsprobe erforderlich.

2.4.1.1 Exsikkator mit wasserfreiem Silicagel.

2.4.1.2 Glasbehälter für etwa 125 g Boden, mit Schliffstopfen.

2.4.1.3 Glasbehälter für etwa 50 g Boden, mit Schliffstopfen.

2.4.2 Herstellung der lufttrockenen Untersuchungsprobe

Jede Untersuchungsprobe für die Analyse aus der Laboratoriumsprobe wie folgt herstellen:

Eine Laboratoriumsprobe in einer für alle Prüfungen ausreichenden Menge durch ein Sieb mit einer Maschenweite von 2 mm geben und nach den in ISO 11464 beschriebenen Verfahren trocknen und herstellen.

Das durch das Sieb mit einer Maschenweite von 2 mm abgesiebte Material durch aufeinanderfolgendes Riffeln teilen, um eine Probe mit einer Masse von etwa 125 g herzustellen.

Diese Fraktion soweit mahlen, daß sie durch ein Sieb mit einer Maschenweite von 250 µm fällt.

Die Probe durch aufeinanderfolgendes Riffeln unterteilen, um eine Untersuchungsprobe mit einer Masse von etwa 50 g herzustellen (falls erforderlich, können bei diesem Verfahrensschritt zusätzliche Untersuchungsproben hergestellt werden).

Die Untersuchungsprobe in einen geeigneten Glasbehälter (2.4.1.3) geben und bei einer Temperatur von höchstens 40 °C trocknen. Die Untersuchungsprobe wird als trocken angesehen, wenn die Masseunterschiede aufeinanderfolgender Wägungen in Abständen von 4 h 0,1 % Massenanteile der Untersuchungsprobe nicht übersteigen.

Die Untersuchungsprobe(n) im Exsikkator (2.4.1.1) kühlen.

ANMERKUNG 3: Es wird angenommen, daß die auf dem Prüfsieb mit einer Maschenweite von 2 mm verbliebenen Stoffe keine Sulfate enthalten. Dies stimmt im allgemeinen, jedoch können bestimmte Böden Gipsstücke enthalten, deren Durchmesser größer als 2 mm ist, und in derartigen Fällen sollte der Gips von Hand entfernt und zerkleinert werden, damit er durch das 2-mm-Prüfsieb hindurchgeht, und der bereits gesiebten Fraktion zugegeben werden kann.

ANMERKUNG 4: Andere geeignete mechanische Probenteiler können anstelle der Riffelkästen verwendet werden, vorausgesetzt, sie sind der Probengröße und der Korngrößenverteilung der Proben angepaßt, oder es kann alternativ das manuelle Verfahren der Viertelung eines aufgeschütteten Probenkegels verwendet werden.