

DIN EN ISO 12782-4

ICS 13.080.10

Einsprüche bis 2011-03-10

Entwurf

**Bodenbeschaffenheit –
Parameter zur geochemischen Modellierung der Elution und Speziation
von Bestandteilen in Böden und Materialien –
Teil 4: Extraktion von Humusstoffen aus Feststoffproben
(ISO/DIS 12782-4:2010);
Deutsche Fassung prEN ISO 12782-4:2010**

Soil quality –

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

Part 4: Extraction of humic substances from solid samples (ISO/DIS 12782-4:2010);

German version prEN ISO 12782-4:2010

Qualité du sol –

Paramètres pour la modélisation géochimique du lessivage et spécifications des constituants des sols et des matières –

Partie 4: Extraction des substances humiques des échantillons de sol

(ISO/DIS 12782-4:2010);

Version allemande prEN ISO 12782-4:2010

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2011-01-10 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise als Datei per E-Mail an naw@din.de in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder in Papierform an den Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN, 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 32 Seiten

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN

Nationales Vorwort

Der hiermit der Öffentlichkeit zur Stellungnahme vorgelegte Europäische Norm-Entwurf ist die Deutsche Fassung des vom Technischen Komitee CEN/TC 345 „Charakterisierung von Böden“ (Sekretariat: NEN, Niederlande) des Europäischen Komitees für Normung (CEN) ausgearbeiteten Entwurfes prEN ISO 12782-4, der nach einem positiven Abstimmungsergebnis innerhalb der CEN-Mitglieder als Europäische Norm EN ISO 12782-4 in Deutsch, Englisch und Französisch herausgegeben wird.

Die nationalen Normenorganisationen sind verpflichtet, diese Europäische Norm dann vollständig und unverändert in ihr nationales Normenwerk zu übernehmen.

Die vorbereitenden Arbeiten wurden von der Arbeitsgruppe „Leaching tests“ (WG 6) des ISO/TC 190/SC 7 durchgeführt (Sekretariat: DIN, Deutschland). Für Deutschland war der NA 119-01-02-05 UA „Eluierungsverfahren“ des NA 119-01-02 AA „Abfall- und Bodenuntersuchung“ im Normenausschuss Wasserwesen (NAW) an der Bearbeitung beteiligt.

Nach einer auf Basis der Wiener Vereinbarung durchgeführten Parallelabstimmung in ISO und CEN wird dieses Bestimmungsverfahren als Europäische Norm in das DIN-Normenwerk übernommen.

Das Ausgabedatum des Europäischen Norm-Entwurfs stand zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieses DIN-EN-ISO-Entwurfs noch nicht fest; der prEN ISO wird jedoch vom CMC unter der angegebenen prEN-Nummer demnächst zur CEN-Umfrage verteilt. Um der deutschen Öffentlichkeit eine möglichst lange Einspruchsfrist einzuräumen, wurde dieser Norm-Entwurf bereits vorab veröffentlicht.

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 (hydr)oxides with ascorbic acid*
- *Part 2: Extraction of crystalline iron (hydr)oxides with dithionite*
- *Part 3: Extraction of aluminium (hydr)oxides 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 11074:2005	siehe E DIN ISO 11074:2006-06
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*

E DIN ISO 11074:2006-06, *Bodenbeschaffenheit — Wörterbuch (ISO/FDIS 11074:2005)*

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

— Leerseite —

Bodenbeschaffenheit — Parameter zur geochemischen Modellierung der Elution und Speziation von Bestandteilen in Böden und Materialien — Teil 4: Extraktion von Humusstoffen aus Feststoffproben (ISO/DIS 12782-4:2010)

Qualité du sol — Paramètres pour la modélisation géochimique du lessivage et spécifications des constituants des sols et des matières — Partie 4 : Extraction des substances humiques des échantillons de sol (ISO/DIS 12782-4:2010)

Soil quality — Parameters for geochemical modelling of the leaching and speciation of constituents in soils and materials — Part 4: Extraction of humic substances from solid samples (ISO/DIS 12782-4:2010)

ICS:

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokumentstufe: parallele Umfrage
Dokumentsprache: D

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 HA, FA und Hy in festen Ausgangsmaterialien.....	12
9 Behandlung, Lagerung und Analyse des Eluats	13
10 Analytische Bestimmung.....	13
11 Blindversuch	13
12 Berechnung	13
12.1 Allgemeine Korrekturfaktoren für die Berechnungen von HA, FA, Hy und HON in festen Proben.....	13
12.2 Berechnung der Gesamtkonzentrationen von HA, FA, Hy und HON in festen Proben.....	14
13 Angabe der Ergebnisse.....	16
14 Präzision	17
15 Prüfbericht.....	17
16 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 (prEN ISO 12782-4:2010) 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.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

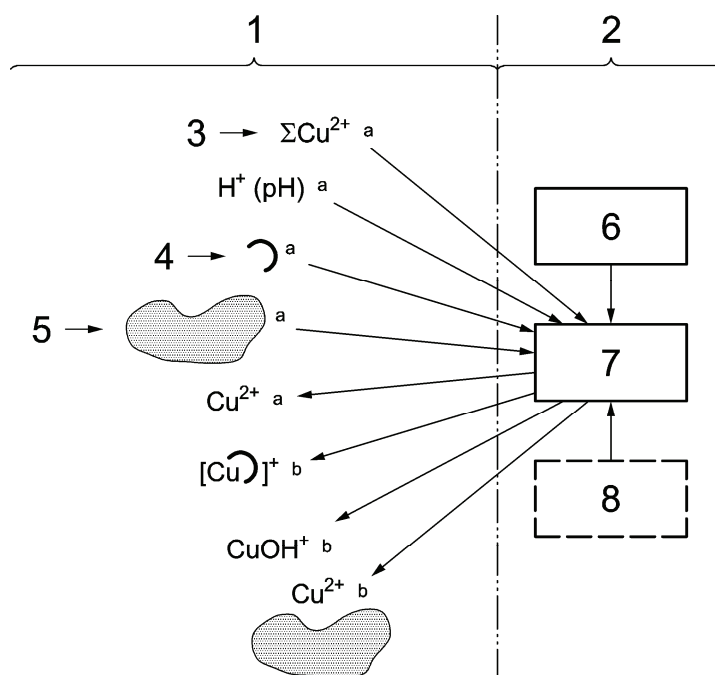
Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 12782-4:2010 wurde vom CEN als prEN ISO 12782-4:2010 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Einleitung

Neben Elutionsverfahren für die anschließende chemische und ökotoxikologische Prüfung von Böden und Materialien 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 Perkolationsprüfung. Diese Modelle besitzen 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 (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, was notwendige Angaben für die Risikobeurteilung liefert, 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:

- 1) 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 etwa 0,4 erweitert wird;
- 2) 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 [1], veränderte Böden [2] [3], Asche aus städtischen Öfen zur Müllverbrennung [4], Metallhüttenschlacke [5] [6], Bauxitrückstände [7] und aufbereitete Betonzuschlagstoffe [8] 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 Fulvinsäuren. Das Verfahren beruht auf [9], wobei die generischen thermodynamischen Adsorptionsparameter für Huminsäuren und Fulvinsäuren in [10] [11] enthalten sind.

Thermodynamische Parameter für andere Adsorptionsmodelle als in [10] [11] verwendet sind ebenfalls in der Literatur verfügbar und können ebenfalls verwendet werden, um die Bindung der Bestandteile an Huminsäuren und Fulvinsäuren zu modellieren.

Das Verfahren [12] beruht auf einem herkömmlichen Verfahren zur Isolierung und Reinigung [9], 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 Materialien fest. Wie bereits in der Einleitung erwähnt, schließen Materialien ebenfalls Abfall ein.

ANMERKUNG 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: Guidance on the preservation and handling of 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 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 for the assessment of aerobic microbial processes in the laboratory*

ISO 11074:2005, *Soil quality — Vocabulary*

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

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1 gelöster organische 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