

Bodenbeschaffenheit
**Probenvorbehandlung für die Bestimmung von
organischen Verunreinigungen in Böden**
(ISO/DIS 14507)

DIN
ISO 14507

Einsprüche bis 31. Mai 1996

ICS 13.080

Anwendungswarnvermerk
beachten!

Soil quality – Sample pretreatment for determination of organic
contaminants in soil (ISO/DIS 14507)

Qualité du sol – Prétraitement des échantillons pour la détermination
des contaminants organiques du sol (ISO/DIS 14507)

**Das internationale Schriftstück ISO/DIS 14507, "Soil quality – Sample pretreatment for
determination of organic contaminants in soil", dessen Veröffentlichung vom
ISO/TC 190/SC 3 am 23. September 1994 beschlossen wurde, ist unverändert in
diesen deutschen Norm-Entwurf übernommen worden.**

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf 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 an den Normenausschuß Wasserwesen im DIN Deutsches Institut für
Normung e. V., 10772 Berlin (Hausanschrift: Bugrafenstraße 6, 10787 Berlin).

Nationales Vorwort

Der vorliegende Norm-Entwurf wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 190 "Bodenbeschaffenheit"
aufgestellt. Für Deutschland war der NAW I B 3 "Boden – Chemische Bodenuntersuchungsverfahren" an der
Bearbeitung beteiligt.

Es wird empfohlen, bei den Arbeiten nach dieser Norm Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten.

Zu den in diesem Norm-Entwurf zitierten Internationalen Normen bestehen folgende DIN-Normen:

ISO 11464	siehe E DIN ISO 11464
ISO 11465	siehe E DIN ISO 11465
ISO 13877	siehe E DIN ISO 13877
ISO 10382	DIN-ISO-Norm in Vorbereitung
ISO 15009	DIN-ISO-Norm in Vorbereitung

Fortsetzung Seite 2 bis 14

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

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

E DIN ISO 11464

Bodenbeschaffenheit – Probenvorbehandlung für physikalisch-chemische Untersuchungen
(ISO/DIS 11464 : 1992)

E DIN ISO 11465

Bodenbeschaffenheit – Bestimmung der Trockensubstanz und des Wassergehalts auf Grundlage der Masse –
Gravimetrisches Verfahren; Identisch mit ISO/DIS 11465 : 1992

E DIN ISO 13877

Bodenbeschaffenheit – Bestimmung von polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) –
Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie-(HPLC-)Verfahren (ISO/DIS 13877)

Deutsche Übersetzung

Bodenbeschaffenheit – Probenvorbehandlung für die Bestimmung von organischen Verunreinigungen in Böden

0 Einleitung

Die Eigenschaften von organischen Mikroverunreinigungen können sehr stark schwanken.

- Sie können von flüchtig bis nicht flüchtig reichen (hoher oder niedriger Dampfdruck).
- Sie können bei hoher Temperatur zerfallen.
- Sie können biologisch oder UV-abbaubar sein.
- Sie können unterschiedliche Löslichkeiten in Wasser haben.

Wegen dieser Unterschiede kann es kein allgemeines Vorbehandlungsverfahren geben. Ziel eines Vorbehandlungsverfahrens ist die Vorbereitung einer Untersuchungsprobe, bei der die Konzentration der Verunreinigung mit der Konzentration der gesamten Bodenprobe übereinstimmt. Wie groß diese Übereinstimmung sein muß, hängt von der Fragestellung der Untersuchung ab. Dies ist eine Entscheidung zur Vorgehensweise. Für diese Entscheidung ist die Kenntnis über die Korngrößenzusammensetzung des Bodens, die Verteilung der Verunreinigung im Boden und die gewünschte Genauigkeit des Analysenergebnisses wichtig.

Wesentlich für die Vorbehandlung ist die Korngrößenzusammensetzung der Probe in Bezug auf die für die Analyse entnommene Probenmenge. Für die Analyse organischer Verunreinigungen sind dies in den meisten Fällen etwa 20 g. Mit einer derartigen Probenmenge und bei homogener Verteilung der Verunreinigung sowie einer kleineren Teilchengröße in der Probe als 2 mm ist ein weiteres Zerkleinern der Probe nicht notwendig. Beispielsweise trifft das auf eine Probe eines Sediments zu. Houba et al. (1993) zeigten für homogen verteilte Schwermetalle, daß es nicht notwendig ist, bei einer Probengröße von 2 g, was einem Zehntel der für die Analyse der meisten organischen Verunreinigungen entnommenen Probe entspricht, eine Zerkleinerung vorzunehmen. Enthält die Probe Teilchen, die größer als 2 mm sind, oder ist die Verunreinigung inhomogen verteilt (z. B. Teerpartikel), ist ein Zerkleinern erforderlich. In diesen Fällen ist es nicht möglich, ohne Zerkleinerung der Probe eine repräsentative Untersuchungsprobe zu entnehmen. Oft ist vor der Untersuchung keine Information über die Verteilung der Verunreinigung im Boden vorhanden.

In einer kritischen Situation oder für Kalibrierungszwecke sollte das beste verfügbare Vorbehandlungsverfahren verwendet werden. Wenn es notwendig ist, festzustellen, ob die Konzentration oberhalb eines bestimmten Grenzwertes liegt, und es ist bereits bekannt, daß der Boden stark verunreinigt ist, kann das einfachste Vorbehandlungsverfahren den Erfordernissen genügen. In diesem Fall darf das Ergebnis jedoch nicht als repräsentativer Wert für die ganze Probe dargestellt werden.

Unter Berücksichtigung der Eigenschaften von organischen Mikroverunreinigungen und der Ziele der Untersuchung werden in dieser Norm drei Verfahren behandelt.

- Ein Verfahren für die Vorbehandlung bei Messung flüchtiger Verbindungen.
- Ein Verfahren für die Vorbehandlung bei Messung mäßig flüchtiger bis nichtflüchtiger Verbindungen, und das Ergebnis der anschließenden Analyse muß gut reproduzierbar sein. Die Probe enthält Teilchen, die größer als 2 mm sind, und/oder die Verunreinigung ist inhomogen verteilt.
- Ein Verfahren für die Vorbehandlung bei Messung nichtflüchtiger Verbindungen, und wenn die Probe Teilchen enthält, die kleiner als 2 mm sind und die Verunreinigung homogen verteilt ist. Dieses Verfahren darf auch verwendet werden, wenn eine geringe Genauigkeit akzeptiert wird.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm beschreibt ein Verfahren für die Vorbehandlung von Bodenproben im Laboratorium vor der Bestimmung organischer Verunreinigungen. Der Zweck der in dieser Norm beschriebenen Vorbehandlung ist die Herstellung einer Untersuchungsprobe, bei der die Konzentration der Verunreinigung dem Grad der Verunreinigung des Ausgangsbodens weitestgehend gleicht oder so gleicht, wie es für die durchgeführte Untersuchung notwendig ist. Das Vorbehandlungsverfahren muß in Verbindung mit einem Extraktionsverfahren verwendet werden, bei dem der Zugriff der Extraktionsflüssigkeit auf die Verunreinigung gegeben ist.

ANMERKUNG 1: Bezüglich der Vorbehandlung von Bodenproben für die Bestimmung nichtflüchtiger anorganischer Verbindungen und physikalisch-chemischer Bodenkennwerte wird auf ISO 11464 verwiesen.

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 11464

Soil quality – Pretreatment of samples for physico-chemical analysis

ISO 11465

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

ISO/TR 11046

Soil quality – Determination of mineral oil content – Method by infra-red screening and gaschromatographic method

ISO 13877

Soil quality – Determination of polynuclear aromatic hydrocarbons – HPLC method (z. Z. Entwurf)

ISO 15009

Soil quality – Determination of volatiles (z. Z. Entwurf)

ISO 10382

Soil quality – Gaschromatographic determination of the contents of polychlorinated biphenyls and organochloric pesticides (z. Z. Entwurf)

3 Definitionen

Für die Anwendung dieser Norm gelten die folgenden Definitionen:

3.1 Probe: Menge an Boden, die dem Erdreich als Ganzes entnommen und dem Laboratorium als Ganzes geliefert wurde; jede Probe ist gesondert verpackt und eindeutig gekennzeichnet.

ANMERKUNG 2: Für eine Vor-Ort-Untersuchung darf eine Probe aus mehreren Behältern bestehen. Diese können jedoch als eine einzige Probe betrachtet werden, wenn die Vorbehandlung und Mischung der gesonderten Teile nach dem in dieser Norm beschriebenen Verfahren erfolgen.

3.2 Teilprobe: Teil der (Laboratoriums)Probe, vorausgesetzt, daß sie für die gesamte Probe repräsentativ ist.

ANMERKUNG 3: Eine Teilprobe einer (Boden)Probe, die nicht vorbehandelt wurde, wird noch als repräsentativ angesehen, wenn sie mindestens ein Viertel der Probe umfaßt und um mindestens den Faktor 100 (m/m) größer als das größte (verunreinigte) Teilchen in der Probe ist. Eine Teilprobe einer Laboratoriumsprobe, die mit dem (den) Verfahren in diesem Entwurf hergestellt wurde, kann (viel) kleiner sein. Eine kürzlich durchgeführte Studie [1] hat gezeigt, daß die Änderung der Analysenergebnisse in einer Reihe von Proben einer speziellen Größe unabhängig von der Probengröße ist, wenn die Proben mindestens 100 mal (m/m) größer als das größte (verunreinigte) Teilchen in der Probe sind.

3.3 Probenvorbehandlung: Die gesamte Behandlung, wie z. B. Mischen, Teilen usw., die notwendig ist, um aus einer Bodenprobe eine Laboratoriumsprobe herzustellen.

3.4 Laboratoriumsprobe: Probe, die einer Probenvorbehandlung unterzogen wurde und für die Untersuchung in einem Laboratorium vorgesehen ist.

3.5 Untersuchungsprobe: Die Menge einer (Teilprobe einer) Laboratoriumsprobe, die vollständig für die Analyse verwendet wird.

ANMERKUNG 4: Eine Untersuchungsprobe wird auch als repräsentativ für die Probe angesehen, von der sie entnommen wurde, vorausgesetzt, daß sie um den Faktor 100 (m/m) größer als das größte Teilchen in der Probe ist; siehe Anmerkung 3.

3.6 Mischprobe: Eine Probe, die aus verschiedenen (Teil)Proben besteht, wobei die Unversehrtheit der Ausgangsproben beim Mischen verlorengegangen ist.

ANMERKUNG 5: Bei der Herstellung von Mischproben kann sowohl auf der Basis der Feuchtmasse als auch der Trockenmasse gemischt werden. Da bei der Analyse der Gehalt auf der Basis der Trockenmasse (Trockensubstanz) angegeben wird, sollten Mischproben vorzugsweise auf der Basis der Trockenmasse der verschiedenen Proben hergestellt werden. Wenn die zu mischenden Proben eine vergleichbare Trockenmasse besitzen, ist der Unterschied zwischen einer Mischprobe auf der Basis der Trockenmasse und einer Mischprobe auf der Basis der Feuchtmasse oft vernachlässigbar.

3.7 Kernprobe: Eine Untersuchungsprobe, die mit einem Bohrer oder einer ähnlichen Vorrichtung aus einer Bodenprobe entnommen wird.

ANMERKUNG 6: Die Größe der Untersuchungsprobe hängt von den Maßen des Bohrers ab, mit dem sie entnommen wird. Bei einer Kernprobe sollte die Probe immer die volle Höhe des Behälters erfassen, in dem die Probe enthalten ist. Der Bohrer sollte so dimensioniert sein, daß es möglich ist, die volle Höhe des Behälters in einem Arbeitsgang zu durchschneiden, und daß das größte Teilchen in der Probe auch in der gezogenen Untersuchungsprobe liegen kann.

ANMERKUNG 7: Oft kann ein Apfelentkerner benutzt werden.

3.8 Mischextrakt: Ein Extrakt, der durch äquivalentes Mischen einer Anzahl von Extrakten entsteht.

ANMERKUNG 8: Mischextrakte werden anstelle von Mischproben verwendet, wenn das Mischen die Zusammensetzung der Mischproben beeinflusst, wie dies bei flüchtigen Verbindungen zu erwarten ist (siehe 8.1).

3.9 Flüchtige Verbindungen: Die Gruppe der (substituierten) Kohlenwasserstoffverbindungen mit einem Siedepunkt unter 300 °C (bei einem Druck von 101 kPa).

ANMERKUNG 9: Als Gruppe umfaßt sie flüchtige aromatische und flüchtige halogenierte Kohlenwasserstoffe nach ISO 15009. Zu dieser Gruppe gehören auch einzelne Chlorphenole und Naphtalene.

ANMERKUNG 10: Die Abgrenzung der Kategorien für flüchtige und mäßig flüchtige Verbindungen kann grundsätzlich auf den Dampfdruck bezogen werden. Da der Dampfdruck jedoch nur für eine kleine Anzahl von Verbindungen bekannt ist und wegen der Beziehung zwischen Dampfdruck und Siedepunkt wurde der Siedepunkt als Unterscheidungskriterium gewählt. Siehe Anhang A.

3.10 Mäßig flüchtige Verbindungen: Die Gruppe der Kohlenwasserstoffverbindungen mit einem Siedepunkt über 300 °C (bei einem Druck von 101 kPa).

ANMERKUNG 11: Diese Gruppe enthält

- Mineralöl (siehe ISO/TR 11046)
- polycyclische aromatische Kohlenwasserstoffe (PAK) (siehe ISO 13877)
- Polychlorbiphenyle (PCB) (siehe ISO 10382)
- organische Chlorherbizide (siehe ISO xxxx)
- extrahierbare organische Halogenverbindungen (EOX).

ANMERKUNG 12: In ISO/TR 11046 ist Mineralöl als die Gruppe der Kohlenwasserstoffe definiert, die bei der Chromatographie Retentionszeiten zwischen denen von n-Decan ($C_{10}H_{22}$) und n-Tetracontan ($C_{40}H_{82}$) aufweisen. Da in dieser Norm die Grenze für flüchtige Verbindungen bei einem Siedepunkt von 300 °C (etwa Hexadecan (C_{16})) liegt, bedeutet dies, daß Mineralöl als flüchtige Verbindung anzusehen ist, da ein Teil der zu bestimmenden Verbindungen innerhalb des Siedpunktbereichs von flüchtigen Verbindungen liegt. Aus praktischen Gründen wurde jedoch entschieden, daß für Mineralöl die Vorbehandlung für mäßig flüchtige Verbindungen vorgeschrieben sein sollte. Nach der Tieftemperaturzerkleinerung tritt bei Verbindungen mit einem Siedepunkt über 300 °C eine Verbesserung der Extraktionsausbeute ein. Die möglichen Verluste bei den niedriger siedenden Kohlenwasserstoffen (C_{10} bis C_{16}) wird wegen der Rückhaltungswirkung der in Mineralöl vorhandenen höher siedenden Kohlenwasserstoffe als gering und wegen des höheren Extraktionsertrags der anderen vorhandenen Kohlenwasserstoffe als kompensierbar angenommen. Da die Gesamtausbeute für die Bestimmung des Mineralöls als Gruppenparameter verwendet wird, wird angenommen, daß eine Vorbehandlung nach dem Verfahren für mäßig flüchtige Verbindungen gegenwärtig zu den besten Ergebnissen führt.

4 Grundlagen

Nach der Entnahme werden die Proben kühl gehalten und sollten nach Möglichkeit schnell bearbeitet werden. Das Vorbehandlungsverfahren hängt von der zu bestimmenden Flüchtigkeit der Verbindung(en) oder Gruppe(n) von Verbindungen ab.