

ČESKÁ TECHNICKÁ NORMA

ICS 13.080.05 **Únor 2013**

Kvalita půdy - Parametry pro geochemické modelování vyluhování a speciace složek v půdách a materiálech - Část 4: Extrakce huminových látek z pevných vzorků

ČSN
EN ISO 12782-4
83 6231

idt 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

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

Bodenbeschaffenheit – Parameter zur geochemischen Modellierung der Elution und Speziation von Bestandteilen in Böden
und Materialien –
Teil 4: Extraktion von Humusstoffen aus Feststoffproben

Tato norma je českou verzí evropské normy EN ISO 12782-4:2012. Překlad byl zajištěn Úřadem pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví. Má stejný status jako oficiální verze.

This standard is the Czech version of the European Standard EN ISO 12782-4:2012. It was translated by the Czech Office for Standards, Metrology and Testing. It has the same status as the official version.

Národní předmluva

Informace o citovaných dokumentech

ISO 3696 zavedena v ČSN ISO 3696 (68 4051) Jakost vody pro analytické účely – Specifikace a zkušební metody

ISO 5667-3 zavedena v ČSN EN ISO 5667-3 (75 7051) Jakost vod – Odběr vzorků – Část 3: Návod pro konzervaci vzorků a manipulaci s nimi

ISO 8245 nezavedena

ISO 10381-1 nezavedena

ISO 10381-2 nezavedena

ISO 10381-3 nezavedena

ISO 10381-4 nezavedena

ISO 10381-5 nezavedena

ISO 10381-6 zavedena v ČSN ISO 10381-6 (83 6151) Kvalita půdy – Odběr vzorků – Část 6: Pokyny pro odběr, manipulaci a uchovávání půdních vzorků za aerobních podmínek pro studium mikrobiálních procesů, biomasy a diverzity v laboratoři

ISO 11464 zavedena v ČSN ISO 11464 (83 6160) Kvalita půdy – Úprava vzorků pro fyzikálně-chemické rozboru

ISO 11465 zavedena v ČSN ISO 11465 (83 6635) Kvalita půdy – Stanovení hmotnostního podílu sušiny a hmotnostní vlhkosti půdy – Gravimetrická metoda

EN 14899 zavedena v ČSN EN 14899 (83 8002) Charakterizace odpadů – Vzorkování odpadů – Zásady přípravy programu vzorkování a jeho použití

EN 15002 zavedena v ČSN EN 15002 (83 8003) Charakterizace odpadů – Příprava zkušebních podílů z laboratorního vzorku

CEN/TR 15310-3 zavedena v TNI CEN/TR 15310-3 (83 8040) Charakterizace odpadů – Vzorkování odpadů –

Část 3: Pokyny pro získávání podvzorku v terénu

Souvisící ČSN

ČSN ISO 11074 (83 6150) Kvalita půdy – Slovník

Informativní údaje z přejímané ISO 12782-4:2012

ISO 12782 se společným názvem Kvalita půdy – Parametry pro geochemické modelování vyluhování a speciace složek v půdách a materiálech sestává z těchto samostatných částí:

- Část 1: Extrakce amorfních oxidů a hydroxidů železa kyselinou askorbovou
- Část 2: Extrakce krystalických oxidů a hydroxidů železa dithioničitanem
- Část 3: Extrakce oxidů a hydroxidů hliníku oxalátem amonným a kyselinou šťavelovou
- Část 4: Extrakce huminových látek z pevných vzorků
- Část 5: Extrakce huminových látek z vodních vzorků

Vypracování normy

Zpracovatel: Sweco Hydroprojekt a. s., Praha, IČ 26475081, Ing. Lenka Fremrová

Pracovník Úřadu pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví: Ing. Jan Šuser

EVROPSKÁ NORMA EN ISO 12782-4

EUROPEAN STANDARD

NORME EUROPÉENNE

EUROPÄISCHE NORM Červen 2012

**Kvalita půdy - Parametry pro geochemické modelování vyluhování
a speciace složek v půdách a materiálech -
Část 4: Extrakce huminových látek z pevných vzorků
(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)

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)

Tato evropská norma byla schválena CEN dne 2012-05-31.

Členové CEN jsou povinni splnit vnitřní předpisy CEN/CENELEC, v nichž jsou stanoveny podmínky, za kterých se musí této evropské normě bez jakýchkoliv modifikací dát status národní normy.
Aktualizované seznamy a bibliografické citace týkající se těchto národních norem lze obdržet na vyžádání v Řídicím centru CEN-CENELEC nebo u kteréhokoliv člena CEN.

Tato evropská norma existuje ve třech oficiálních verzích (anglické, francouzské, německé). Verze v každém jiném jazyce přeložená členem CEN do jeho vlastního jazyka, za kterou zodpovídá a kterou notifikuje Řídicímu centru CEN-CENELEC, má stejný status jako oficiální verze.

Členy CEN jsou národní normalizační orgány Belgie, Bulharska, České republiky, Dánska, Estonska, Finska, Francie, Chorvatska, Irska, Islandu, Itálie, Kypru, Litvy, Lotyšska, Lucemburska, Maďarska, Malty, Německa, Nizozemska, Norska, Polska, Portugalska, Rakouska, Rumunska, Řecka, Slovenska, Slovinska, Spojeného království, Španělska, Švédská, Švýcarska a Turecka.

CEN
Evropský výbor pro normalizaci
European Committee for Standardization
Comité Européen de Normalisation
Europäisches Komitee für Normung
Řídicí centrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brusel

© 2012 CEN Veškerá práva pro využití v jakékoli formě a jakýmkoli prostředky Ref. č.
EN ISO 12782-4:2012 E
jsou celosvětově vyhrazena národním členům CEN.

Předmluva

Tento dokument (EN ISO 12782-4:2012) vypracovala technická komise ISO/TC 190 *Kvalita půdy* ve spolupráci s technickou komisí CEN/TC 345 *Charakterizace půdy*, jejíž sekretariát zajišťuje DIN.

Této evropské normě je nutno nejpozději do prosince 2012 dát status národní normy, a to buď vydáním identického textu, nebo schválením k přímému používání, a národní normy, které jsou s ní v rozporu, je nutno zrušit nejpozději do prosince 2012.

Upozorňuje se na možnost, že některé prvky tohoto dokumentu mohou být předmětem patentových práv. CEN [a/nebo CENELEC] nelze činit odpovědným za identifikaci jakéhokoli nebo všech patentových práv.

Podle vnitřních předpisů CEN/CENELEC jsou tuto evropskou normu povinny zavést národní normalizační organizace následujících zemí: Belgie, Bulharska, České republiky, Dánska, Estonska, Finska, Francie, Chorvatska, Irska, Islandu, Itálie, Kypru, Litvy, Lotyšska, Lucemburska, Maďarska, Malty, Německa, Nizozemska, Norska, Polska, Portugalska, Rakouska, Rumunska, Řecka, Slovenska, Slovinska, Spojeného království, Španělska, Švédská, Švýcarska a Turecka.

Oznámení o schválení

Text ISO 12782-4:2012 byl schválen CEN jako EN ISO 12782-4:2012 bez jakýchkoliv modifikací.

Obsah

	Strana
Úvod 6	
1 Předmět normy 8	
2 Citované dokumenty 8	
3 Termíny a definice 9	
4 Podstata zkoušky 10	
5 Přístroje a pomůcky 10	
6 Chemikálie a činidla 11	
7 Úprava vzorků 11	
7.1 Velikost vzorku 11	
7.2 Zmenšení velikosti částic 12	
7.3 Stanovení hmotnostního podílu sušiny 12	
7.4 Zkušební podíl 13	
8 Postup zkoušky 13	
8.1 Příprava pryskyřice DAX-8 13	
8.2 Stanovení celkového obsahu huminových kyselin (HA), fulvokyselin (FA) a hydrofilního organického uhlíku (Hy) v pevných vzorcích 13	
9 Úprava a uchovávání eluátu 14	
10 Analytické stanovení 14	
11 Slepé stanovení 14	

12 Výpočet 14

12.1 Obecné korekční faktory pro výpočet huminových kyselin (HA), fulvokyselin (FA), hydrofilního organického uhlíku (Hy) a hydrofobního neutrálního organického uhlíku (HON) v kapalných a pevných vzorcích 14

12.2 Koncentrace huminových kyselin (HA), fulvokyselin (FA), hydrofilního organického uhlíku (Hy) a hydrofobního neutrálního organického uhlíku (HON) v pevných vzorcích 15

13 Vyjadřování výsledků 16

14 Protokol o zkoušce 16

15 Funkční charakteristiky 16

Příloha A (informativní) Schéma postupu 17

Příloha B (informativní) Validace postupu 18

B.1 Obecně 18

B.2 Poznámky k použití vyčištěné DAX-8 18

B.3 Předběžné zkoumání funkčnosti DAX-8 a XAD-8 18

B.4 Srážení HA při různých počátečních koncentracích 19

B.5 Chemická charakterizace sraženin HA získaných při různých koncentracích 20

Příloha C (informativní) Podmínky odstředování 22

C.1 Obecně 22

C.2 Příklad výpočtu 22

Bibliografie 24

Úvod

Vedle postupů vyluhování pro následné chemické a ekotoxikologické zkoušení půd a dalších materiálů, včetně odpadů, se nepostradatelnými nástroji v posuzování environmentálních rizik těchto materiálů staly prediktivní modely. Modely jsou obzvlášť potřebné, když výsledky laboratorních vyluhovacích zkoušek mají být převedeny na specifické podmínky v terénu, pokud jde o posuzování rizik migrace a biopřístupnosti kontaminantů.

V několika posledních letech bylo prokázáno, že geochemické modely jsou cennými nástroji, které jsou kombinovány s údaji získanými z norem pro charakterizaci vyluhování, jako jsou normy pro zkoušku vlivu pH na vyluhování a pro perkolační zkoušku. Tyto modely mají tu výhodu, že jsou založeny na základních termodynamických parametrech, které mají obecnou platnost. Aby byla možná extrapolace laboratorních údajů o vyluhování na mobilitu a/nebo biopřístupnost složek ve specifických podmírkách v terénu, vyžadují tyto modely dodatečné vstupní parametry pro specifické vlastnosti půdy (viz obrázek 1).



Legenda

- 1 experiment
- 2 modelování geochemické speciace
- 3 přístupná koncentrace kovu
- 4 rozpuštěné huminové látky
- 5 reaktivní (pevné) povrchy
- 6 databáze s konstantami stability
- 7 výpočetní program
- 8 předpoklady

Obrázek 1 - Vztahy mezi experimentálními údaji, získanými z laboratorních zkoušek vyluhování//extrakce, a geochemickým modelováním speciace těžkého kovu v životním prostředí (modifikováno podle M. Gfeller & R. Schulin, ETH, Zürich)

Normy pro charakterizaci vyluhování poskytují informace o koncentracích sledovaného kontaminantu, zejména jako funkce hodnoty pH a poměru kapalné a pevné fáze (L/S). Úplnější analýza vyluhů poskytuje navíc informace o složení hlavních iontů a rozpuštěném organickém uhlíku (dissolved organic carbon, DOC), což jsou parametry, které jsou zvláště významné pro chemické formy složek během procesů, jako je srážení, komplexace a kompetice při adsorpci na reaktivní anorganické (minerální) a organické povrchy v půdě. Jak je znázorněno na obrázku 1 na příkladu mědi, geochemické modelování umožnuje výpočet distribuce kovu mezi různé chemické formy ve sledovaném systému. To poskytuje nezbytné informace pro účely posuzování rizik, protože různé chemické formy mají různé role z hlediska mobility a biopřístupnosti kovu v půdě. Vedle informací získaných z norem pro vyluhování půd (v jejich současném stavu vývoje/definování), jsou potřebné dva další typy informací, uvedené dále.

- a. „Přístupná“ (někdy také nazývaná „aktivní“ nebo „výměnná“) koncentrace složky v pevné fázi, jako protiklad k celkové koncentraci stanovené rozkladem pevné matrice kyselinou. Tuto „přístupnou“ koncentraci je možné získat vyluhováním při nízké hodnotě pH, což je podmínka, které je možné dosáhnout rozšířením rozmezí pH při vyluhovací zkoušce vlivu hodnoty pH na vyluhování (ISO/TS 21268-4) až do hodnot pH » 0,5 až pH » 1.
- b. Koncentrace reaktivních organických a minerálních povrchů v půdě, které představují hlavní vazebná (adsorpční) místa pro většinu složek v půdní matrici.

Hlavní reaktivní povrchy, které řídí vazbu složek sorpčními procesy k půdní matrici, jsou zejména organické látky a hydroxidy a oxidy železa a hliníku. Obecně se uznává, že reaktivita těchto minerálních a organických povrchů se může značně měnit v závislosti na specifické ploše povrchu/krystalové formě [hydroxidy a oxidy železa a hliníku] a složení (organické látky). Pokud se předpokládá, že výsledky budou použity pro výše popsané účely geochemického modelování spolu s vyluhovacími zkouškami, je důležité, aby metody byly selektivní pro reaktivní povrchy, pro které jsou dostupné také generické termodynamické adsorpční parametry pro nejvýznamnější hlavní a stopové prvky.

Tyto reaktivní povrchy byly identifikovány v půdách i v řadě dalších materiálů, pro které je významné vyluhování složek. Bylo prokázáno, že vazebné vlastnosti těchto povrchů mají generickou roli při speciaci a vyluhování složek mezi těmito různými materiály. Například podobný přístup

geochemického modelování, používající vstup z některých částí nebo úplné řady norem ISO 12782, byl úspěšně aplikován pro různé půdy^[3], upravené půdy^{[4][5]}, popel ze spalovny komunálního odpadu^[6], ocelovou struskou^{[7][8]}, zbytky po zpracování bauxitu^[9] a recyklované přísady do betonu^[10]. Proto se řada norem ISO 12782 používá nejen pro půdy, ale také pro další materiály, včetně pomocných půdních látek a odpadů.

Cílem této části ISO 12782 je stanovit významné reaktivní organické povrchy v půdě a materiálech, pro které existují generické termodynamické adsorpční parametry, tj. huminové kyseliny a fulvokyseliny. Postup je založen na odkazu [11] a generické termodynamické adsorpční parametry pro huminové kyseliny a fulvokyseliny jsou dostupné v odkazech [12] a [13].

V literatuře jsou dostupné také jiné termodynamické parametry pro adsorpční modely než parametry použité v odkazech [12] a [13] a smí být také používány k modelování vazby složek na huminové kyseliny a fulvokyseliny.

Metoda^[14] je založena na konvenční izolaci a čištění^[11], které používá také International Humic Substances Society (IHSS).

1 Předmět normy

Tato část ISO 12782 specifikuje metodu stanovení koncentrace huminových látek v půdě nebo v dalších materiálech. Další materiály zahrnují také odpady. Obsah huminových látek může být použit jako vstup do geochemických modelů.

Konec náhledu - text dále pokračuje v placené verzi ČSN.