

DIN 19527



ICS 13.060.50

**Elution von Feststoffen –
Schüttelverfahren zur Untersuchung des Elutionsverhaltens von
organischen Stoffen mit einem Wasser/Feststoff-Verhältnis von 2 l/kg**

Leaching of solid materials –

Batch test for the examination of the leaching behaviour of organic substances at a liquid to solid ratio of 2 l/kg

Lixiviation des matériaux solides –

Essai en bâchée pour l'investigation de lixiviation de composants organiques avec un rapport liquide-solide de 2 l/kg

Gesamtumfang 22 Seiten

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN

Inhalt

Seite

Vorwort	3
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen.....	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	6
5 Reagenzien	6
6 Geräte.....	6
7 Probenvorbereitung.....	7
7.1 Allgemeines	7
7.2 Vorbereitung der Untersuchungsprobe und Dimensionierung des Versuchsansatzes	7
8 Bestimmung des Wassergehaltes	8
9 Durchführung	8
9.1 Temperatur	8
9.2 Elutionsschritt.....	8
9.3 Flüssig/Fest-Trennungsschritt.....	9
9.4 Weitere Vorbereitung des Eluats für die Analyse	9
10 Sicherstellen der Blindwertfreiheit	9
11 Angabe der Ergebnisse.....	9
12 Prüfbericht.....	10
13 Präzision	10
Anhang A (informativ) Berechnung der maximalen Zentrifugationsdauer	11
A.1 Grundlagen.....	11
A.2 Berechnungsbeispiel	12
Anhang B (informativ) Verfahrenskennndaten	15
B.1 Erster Ringversuch.....	15
B.2 Zweiter Ringversuch	17
Literaturhinweise	22

Vorwort

Dieses Dokument wurde im Unterausschuss NA 119-01-02-05 UA „Eluierungsverfahren“ des NA 119-01-02 AA „Abfall- und Bodenuntersuchung“ im Normenausschuss Wasserwesen (NAW) erarbeitet.

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

Einleitung

Ziel dieser Prüfung ist es, das Freisetzungsverhalten von Feststoffen zu bestimmen. Die Komplexität dieses Vorgangs macht Vereinfachungen erforderlich. Grundsätzlich lassen sich 3 Kategorien hinsichtlich der Charakterisierung des Freisetzungsverhaltens unterscheiden.

- 1) Die „grundlegende Charakterisierung“ wird genutzt, um Informationen über das kurz- und langfristige Elutionsverhalten von Feststoffen zu gewinnen. Die Prüfungen berücksichtigen unterschiedliche W/F-Verhältnisse und erfassen Faktoren, welche die Elution von Stoffen beeinflussen, z. B. pH-Wert, Redoxpotenzial, gelöster organischer Kohlenstoff (DOC) bzw. Kolloide, Alterungsprozesse.
- 2) „Verfahren zur Übereinstimmungsuntersuchung“ werden genutzt, um festzustellen, ob der zu untersuchende Feststoff einem spezifischen Verhalten oder spezifischen Bezugswerten entspricht. Die Prüfungen konzentrieren sich auf die vorher in den Prüfungen zur grundlegenden Charakterisierung festgestellten Schlüsselvariablen und das Elutionsverhalten zu einer bestimmten Zeit (bzw. bei einem bestimmten W/F-Verhältnis).
- 3) Eine „Verifizierungsprüfung vor Ort“ liefert eine schnelle Bestätigung, dass es sich um den gleichen zu untersuchenden Feststoff handelt, der dem Verfahren zur Übereinstimmungsuntersuchung wie oben unterzogen wurde. Bei Verifizierungsprüfungen vor Ort handelt es sich nicht notwendigerweise um Elutionsprüfungen.

Das in dieser Norm beschriebene Verfahren gehört zur Kategorie 2 „Verfahren zur Übereinstimmungsuntersuchung“.

Es ist erforderlich, bei den Arbeiten nach dieser Norm Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt ein Schüttelverfahren zur Bestimmung der Eluierbarkeit von organischen Stoffen aus Feststoffen bei einem Wasser/Feststoff-Verhältnis von 2 l/kg Trockenmasse für eine Übereinstimmungsuntersuchung fest. Das Verfahren ist nicht geeignet für leichtflüchtige oder biologisch sehr leicht abbaubare Stoffe.

ANMERKUNG Verfahrenskennndaten siehe Anhang A.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, 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).

DIN 19529:2009-01, *Elution von Feststoffen — Schüttelverfahren zur Untersuchung des Elutionsverhaltens von anorganischen Stoffen mit einem Wasser/Feststoff-Verhältnis von 2 l/kg*

DIN EN 12880, *Charakterisierung von Schlämmen — Bestimmung des Trockenrückstandes und des Wassergehalts*

DIN EN 14346, *Charakterisierung von Abfällen — Berechnung der Trockenmasse durch Bestimmung des Trockenrückstandes oder des Wassergehaltes*

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

DIN EN ISO 7027, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung der Trübung*

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

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Wasser/Feststoff-Verhältnis

W/F-Verhältnis

Verhältnis des bei der Elution eingesetzten Flüssigkeitsvolumens (hier: Wasser in Liter) zur Trockenmasse des zu untersuchenden Feststoffs (hier: Feststoff in kg Trockenmasse)

[QUELLE: DIN 19529:2009-01, Begriff 3.1]

3.2

Laboratoriumsprobe

Probe oder Teilprobe, die dem Labor übergeben oder von diesem erhalten wird

3.3

Untersuchungsprobe

aus der Laboratoriumsprobe hergestellte Probe, die der Elution unterzogen wird

3.4

Eluat

wässrige Lösung, die durch eine im Laboratorium durchgeführte Auslaugung gewonnen wird

4 Kurzbeschreibung

Der zu untersuchende Feststoff wird mit dem Elutionsmittel Wasser unter festgelegten Bedingungen bei einem W/F-Verhältnis von 2 l/kg für 24 h durch Schütteln eluiert. Eingesetzt werden können Feststoffe mit einer Korngröße bis 32 mm. Feststoffe mit einer Korngröße > 32 mm werden zerkleinert. Das Verfahren liefert ein Eluat, das physikalisch und chemisch nach bestehenden Standardverfahren analysiert werden kann.

5 Reagenzien

5.1 Wasser, deionisiert mit einer maximalen Leitfähigkeit von 0,5 mS/m, entsprechend Qualität 3 nach DIN ISO 3696.

5.2 Organische Lösungsmittel (z. B. Hexan) zur Reinigung der Gefäße.

6 Geräte

6.1 Allgemeines

Es ist regelmäßig sicherzustellen, dass durch die verwendeten Geräte weder Blindwerte erzeugt werden, noch Verluste durch Sorption auftreten.

6.2 Gefäße aus Glas, mit unterschiedlichen Nennvolumina nach Tabelle 1.

6.3 Überkopfschüttler, Umdrehungsgeschwindigkeit (5 bis 10) $U \cdot \text{min}^{-1}$.

6.4 Filtrationsvorrichtung, Druckfiltrationsgerät (< 0,5 MPa).

6.5 Glasfasermikrofilter ohne Bindemittel für die Filtration der Eluate mit einem mittleren Abscheidegrad $\leq 0,7 \mu\text{m}$.

ANMERKUNG Geeignete Glasfasermikrofilter sind z. B. Whatman GF/F¹⁾ oder Macherey-Nagel MN GF-5²⁾.

6.6 Siebgeräte mit Sieben von 16 mm und 32 mm nominaler Siebweite.

6.7 Kühlzentrifuge, mindestens 2 000 g. Zentrifugenbehälter, die erwiesenermaßen gegenüber den Analyten ein geringes Sorptionsvermögen zeigen (Ausschluss von Memoryeffekten und Minderbefunden) z. B. aus PFA, PTFE, Edelstahl.

ANMERKUNG 1 Vorzugsweise sollten Zentrifugen > 4 000 g eingesetzt werden (siehe Anhang A).

ANMERKUNG 2 Genutzte Zentrifugenbehälter mit rauer Innenfläche können zu verstärkten Sorptionseffekten führen.

¹⁾ Whatman GF/F ist ein Beispiel für ein geeignetes, handelsübliches Produkt. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieser Norm und bedeutet keine Anerkennung dieses genannten Produktes durch das DIN.

²⁾ Macherey Nagel MN GF-5 ist ein Beispiel für ein geeignetes, handelsübliches Produkt. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieser Norm und bedeutet keine Anerkennung dieses genannten Produktes durch das DIN.

6.8 Analysenwaage, Fehlergrenze höchstens 0,1 g.

6.9 Trübungsmessgerät nach DIN EN ISO 7027.

7 Probenvorbereitung

7.1 Allgemeines

Grundsätzlich ist die Probe unverändert im Original zu untersuchen. Lufttrocknung ($< 40\text{ °C}$) darf nur bei Bedarf für die Siebung und Probenteilung erfolgen.

Bei Feststoffen mit einem Größtkorn $> 32\text{ mm}$ ist der Anteil $> 32\text{ mm}$ abzutrennen (6.6), zu brechen, anschließend daraus die Körnung 16/32 mm abzutrennen (6.6) und dem Gemisch 0/32 mm in dem Mengenanteil zuzufügen, in dem der Anteil $> 32\text{ mm}$ in der Ausgangskörnung vorlag.

7.2 Vorbereitung der Untersuchungsprobe und Dimensionierung des Versuchsansatzes

Die Masse der Untersuchungsprobe ist in Abhängigkeit vom Größtkorn des zu untersuchenden Feststoffs zu wählen. Nach der Masse der Untersuchungsprobe richtet sich die Dimensionierung des Versuchsansatzes im Hinblick auf die zuzugebende Wassermenge und das Volumen der Gefäße.

Eine Aufteilung der Untersuchungsprobe auf mehrere Gefäße darf erfolgen. Die erhaltenen Eluate sind unmittelbar nach der Elution zu vereinigen.

Aus der Laboratoriumsprobe ist eine repräsentative Untersuchungsprobe mit einer Gesamtmasse M_F (gemessen auf 2 %) entsprechend einer Trockenmasse M_T herzustellen, die in Abhängigkeit des Größtkorns der Originalkörnung nach Tabelle 1 mindestens zu wählen ist.

Tabelle 1 — Zusammenhang zwischen Korngröße, Trockenmasse und Gefäßgröße

Größtkorn mm	Trockenmasse g	Gefäßgröße l
≤ 2	100 ± 5	0,5
> 2 bis 10	$250 \pm 12,5$	1,0
> 10 bis 22,4	$1\,000 \pm 50$	5,0
$> 22,4$ bis 32	$2\,500 \pm 125$	10,0

Bei einem Größtkorn $> 10\text{ mm}$ kann die Untersuchungsprobe auf mehrere Gefäße aufgeteilt werden. Vor der Zentrifugation (siehe 9.3) müssen die dekantierten Flüssigkeiten vereinigt werden. Bei Gesamtvolumina $> 1\text{ l}$ kann mit einem Aliquot weitergearbeitet werden.

Hinsichtlich der Mindestanforderungen an das für analytische Zwecke benötigte Probenvolumen kann es erforderlich sein, Untersuchungsproben größeren Umfangs und ein entsprechend größeres Volumen des Elutionsmittels einzusetzen. Dies ist im Prüfbericht anzugeben.