

DIN 19528**DIN**

ICS 13.060.50

**Elution von Feststoffen –
Perkulationsverfahren zur gemeinsamen Untersuchung des
Elutionsverhaltens von anorganischen und organischen Stoffen**

Leaching of solid materials –

Percolation method for the joint examination of the leaching behaviour of inorganic and organic substances

Lixiviation des matériaux solides –

Essai de percolation pour l'investigation de lixiviation de composants inorganiques et organiques

Gesamtumfang 24 Seiten

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
Einleitung.....	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Grundlagen des Verfahrens.....	4
5 Reagenzien	5
6 Geräte.....	5
7 Probenahme, Probenvorbehandlung und -vorbereitung	6
8 Bestimmung des Wassergehalts	6
9 Durchführung	7
9.1 Temperatur	7
9.2 Packen der Säule	7
9.3 Perkolation	7
9.3.1 Aufsättigung	7
9.3.2 Durchführung der Perkolation.....	7
9.4 Entnahme von Eluatfraktionen.....	8
9.4.1 Allgemeines	8
9.4.2 Grundlegende Charakterisierung.....	9
9.4.3 Übereinstimmungsuntersuchung	9
9.5 Vorbereitung der Eluate für die Analyse	9
10 Sicherstellung der Blindwertfreiheit.....	10
11 Prüfbericht.....	10
12 Präzision	10
Anhang A (informativ) Verfahrenskennndaten	11
Anhang B (informativ) Schematische Darstellung des Säulenversuchs mit den dazugehörigen Geräten und Versuchskomponenten.....	19
Anhang C (informativ) Beispiele zur Versuchsplanung	20
Anhang D (informativ) Anhaltswerte für Korndichten ausgewählter Feststoffe.....	21
Anhang E (informativ) Einbauverfahren in der Säule	22
Anhang F (informativ) Frachtberechnungen	23
Literaturhinweise	24

Vorwort

Dieses Dokument DIN 19528 wurde vom Normenausschuss Wasserwesen NA 119-01-02-05 UA „Eluierungsverfahren“ erarbeitet.

Einleitung

Grundsätzlich eignet sich das in diesem Dokument beschriebene Verfahren zur Perkolation von Wasser durch alle wasserdurchlässigen Feststoffe und zur Untersuchung der Freisetzung sowohl anorganischer als auch organischer Stoffe. Der material- und stoffabhängige Verlauf des Elutionsvorgangs macht Vereinfachungen hinsichtlich der Durchführung der Untersuchung und der Auswertung der Ergebnisse notwendig. Aus Gründen der Praktikabilität können nicht alle Aspekte des Elutionsverhaltens in diesem Dokument angesprochen werden. 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.

Die beiden in dieser Norm beschriebenen Verfahren gehören zu den Kategorien 1 und 2: „Grundlegende Charakterisierung“ und „Verfahren zur Übereinstimmungsuntersuchung“.

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

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Perkolationsverfahren im Aufwärtsstrom zur Ermittlung der eluierbaren anorganischen und organischen Stoffanteile fest. Perkolationsuntersuchungen dienen u. a. zur grundlegenden Charakterisierung oder zur Übereinstimmungsuntersuchungen von Feststoffen.

Zur Untersuchung werden Feststoffe mit einer Korngröße bis 32 mm eingesetzt. Feststoffe mit einer Korngröße > 32 mm werden zerkleinert.

ANMERKUNG 1 Leichtflüchtige Verbindungen werden in diesem Verfahren nicht geprüft.

ANMERKUNG 2 Verfahrenskenndaten siehe Anhang A.

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).

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

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 im Perkolationsverfahren

W/F-Verhältnis

Verhältnis des bis zur Probenahme insgesamt durch den Feststoff geströmten Flüssigkeitsvolumens (hier: Wasser in Liter) zur eingebauten Trockenmasse des zu untersuchenden Feststoffs in der Säule (hier: Feststoff in kg Trockenmasse)

3.2

Laboratoriumsprobe

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

3.3

Prüfprobe

aus der Laboratoriumsprobe hergestellte Probe, die der Elution unterzogen wird

3.4

Eluat

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

3.5

Korndichte

Dichte eines Korns einschließlich der nicht von außen zugänglichen intragranularen Porenräume

4 Grundlagen des Verfahrens

Der zu untersuchende Feststoff wird mit Wasser im Aufwärtsstrom bei festgelegter Kontaktzeit des Wassers mit dem Feststoff perkoliert. Das Verfahren liefert wässrige Eluate für nachfolgende Untersuchungen.

5 Reagenzien

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

5.2 Salpetersäure (zur Analyse) 0,1 mol/l.

5.3 organische Lösemittel, z. B. Aceton (zur Analyse).

5.4 Quarzsand, Körnung 0,6 mm bis 1,2 mm, blindwertfrei, ggf. gewaschen, nicht gegläht.

6 Geräte

6.1 Allgemeines

Es ist sicherzustellen, dass durch die verwendeten Geräte weder Blindwerte erzeugt werden, noch Verluste durch Sorption auftreten. Anhang B enthält eine schematische Darstellung des Säulenversuchs.

6.2 Perkolationsgerät, bestehend aus

6.2.1 Säule aus Glas mit Verschlusskappen, Innendurchmesser 5 cm bis 10 cm. Die mit der Untersuchungsprobe befüllbare Säulenhöhe muss mindestens dem 4fachen Säuleninnendurchmesser entsprechen.

Als Säuleninnendurchmesser ist mindestens der 2fache Durchmesser des Größtkorns zu wählen. Von diesen Säulendimensionen darf abgewichen werden, wenn das Größtkorn dies erfordert und das Verhältnis Innendurchmesser zu befüllbarer Säulenhöhe eingehalten wird.

Bei der Untersuchung auf organische Bestandteile sind zur Minderung des biologischen und des photochemischen Abbaus die befüllten Säulen vor Lichteinstrahlung zu schützen (z. B. Einwickeln in Alufolie).

6.2.2 Quarzsandbett aus Quarzsand (5.4) im unteren und oberen Abschnitt der Säule, um ein gleichmäßiges An- und Abströmen des Wassers über den gesamten Querschnitt der Säule sicherzustellen.

ANMERKUNG An der Zu- und Ablaufleitung kann Quarzwolle (Schichtdicke höchstens 5 mm) unmittelbar vor die Leitungsöffnungen eingebracht werden, um eine Verstopfung der Leitungen zu vermeiden.

6.2.3 Pumpe mit variablem Durchfluss.

6.3 Analysenwaage, Fehlergrenzen höchstens 0,1 g.

6.4 Trübungsmessgerät.

6.5 Leitungen

Zur Untersuchung von organischen Bestandteilen und/oder zur gemeinsamen Untersuchung von anorganischen und organischen Bestandteilen sind zur Ableitung des Säuleneluats in die Vorlage (Sammelflasche nach 6.6) Edelstahlleitungen zu verwenden.

Im Fall der ausschließlichen Untersuchung auf anorganische Stoffe können Kunststoffleitungen verwendet werden.

6.6 Sammelflaschen aus Glas für die Eluatsammlung und Konservierung von Eluatproben (nach DIN EN ISO 5667-3) mit Schraubverschluss mit inertem Dichtmaterial.

Überdruck in den Sammelflaschen ist zu vermeiden (z. B. durch Entlüftungskanäle, siehe Bild B.1).

Zur Minderung des biologischen und des photochemischen Abbaus sind die Sammelflaschen vor Lichteinstrahlung zu schützen (z. B. Verwendung von Braunglas oder Einwickeln in Alufolie).

ANMERKUNG Werden ausschließlich organische Verbindungen (z. B. PAK) untersucht, empfiehlt sich die Vorlage eines geeigneten Lösemittels in der Sammelflasche, um u. a. Bioabbau und Verflüchtigung zu vermindern

6.7 Zentrifuge, mindestens 2000 g. Zentrifugenbehälter aus geeignetem inertem Material.

6.8 Membranfilter, mit einer Porengröße von 0,45 µm.

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

7 Probenahme, Probenvorbehandlung und -vorbereitung

Für die Probenahme, Probenvorbehandlung und -vorbereitung sind die für die jeweiligen Feststoffe geeigneten Verfahren zu beachten.

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

Bei Feststoffen mit einem Größtkorn > 32 mm ist der Anteil > 32 mm abzutrennen (6.9), zu brechen, anschließend daraus die Körnung 16/32 mm abzutrennen (6.9) und dem Gemisch 0/32 mm in dem Mengenanteil zuzufügen, in dem der Anteil > 32 mm in der Ausgangskörnung vorlag.

ANMERKUNG Für Feststoffe, bei denen Kontaminationen überwiegend an der Oberfläche vermutet werden, wird empfohlen, nach der Zerkleinerung auch Korngrößen < 16 mm mitzuanalysieren, um die Belastungen an der Oberfläche vollständig zu erfassen.

Schwer perkolierbare Feststoffe (z. B. bindige Feststoffe) werden untersucht, indem der Feststoff mit einem Anteil von 80 % Quarzsand vermischt, eingebaut und perkoliert wird. Gegebenenfalls den bindigen Feststoff zuvor lufttrocknen und anschließend auf eine Korngröße < 2 mm zerkleinern.

8 Bestimmung des Wassergehalts

Der Wassergehalt der Prüfprobe ist an einer der Laboratoriumsprobe entnommenen Teilmenge durch Trocknung bei (105 ± 5) °C bis zur Gewichtskonstanz zu bestimmen und nach Gleichung (1) zu berechnen.

$$w = (M_F - M_T) / M_F \quad (1)$$

Dabei ist

w der Wassergehalt, dimensionslos;

M_F die Masse der ungetrockneten Probe in Gramm, g;

M_T die Trockenmasse in Gramm, g.

9 Durchführung

9.1 Temperatur

Die Perkulationsprüfung bei einer Temperatur von (20 ± 2) °C durchführen.

9.2 Packen der Säule

Der zu untersuchende Feststoff ist entgegen der Fließrichtung wie folgt in die Säule zu packen (Es empfiehlt sich, hierzu die Säule z. B. an ein Stativ zu montieren):

Die Säule mit bereits montierter Verschlusskappe ist am Auslauf so zu positionieren, dass der spätere Probenauslass nach unten weist.

- Einbringen von etwas Quarzwolle vor die später zu montierende Ablaufleitungsöffnung und Einfüllen eines Quarzsandbetts ($2,0 \pm 0,5$) cm.
- Lagenweises Einfüllen des zu untersuchenden Feststoffs auf die vorgesehene Füllhöhe (siehe 6.2.1). Für jede Lage werden etwa 5 cm des Feststoffs eingefüllt, leicht verdichtet und geglättet (siehe auch Anhang E).
- Bestimmen der Masse des eingebauten Feststoffs auf 1 g mittels Analysenwaage (6.3) (siehe auch Anhang E).
- Einfüllen der unteren Filter- bzw. Anströmschicht mit Quarzsand (5.4) nach 6.2.2 bis zur Kante der Säule dergestalt, dass kein Totvolumen verbleibt, anschließend leichtes Verdichten und Glätten der Oberfläche des Quarzsandbetts.
- Säule verschließen.
- Säule nun wieder um 180° drehen.
- Zu- und Ablaufleitungen montieren.

9.3 Perkolation

9.3.1 Aufsättigung

Der zu untersuchende Feststoff in der Säule ist von unten nach oben mit Wasser (5.1) zu sättigen. Der Durchfluss, q , für die Sättigung ist nach Gleichung (2) zu berechnen, indem eine Sättigungsdauer, t , von 2 h eingesetzt wird.

ANMERKUNG Die Sättigungsdauer bezieht sich auf den mit dem zu untersuchenden Feststoff befüllten Säulenabschnitt und berücksichtigt nicht die Sättigungsdauer für das untere und obere Quarzsandbett. Eine schiefe Benetzungsfront deutet auf eine ungleichmäßige Säulenpackung hin, gegebenenfalls sollte die Säule neu gepackt werden.

9.3.2 Durchführung der Perkolation

Unmittelbar nach der Aufsättigung beginnt die eigentliche Perkolation. Hierzu ist nach Gleichung (2) der Durchfluss zu berechnen, indem eine Kontaktzeit, t , von 5 h eingesetzt wird.

$$q = \frac{l \times \pi \times r^2 \times n}{t \times 60} \quad (2)$$

Dabei ist

- q der Durchfluss in Milliliter je Minute, ml/min;
- r der Innenradius der Säule in Zentimeter, cm;
- l die Länge des mit dem zu untersuchenden Feststoff befüllten Säulenabschnittes in Zentimeter, cm;
- n der Porenanteil (bzw. die Porosität) des zu untersuchenden Feststoffs in der Säule, dimensionslos;
- t die Sättigungsdauer (2 h) bzw. Kontaktzeit während der Elution (5 h) in Stunden, h.

Ergeben sich über die Dauer der Prüfung Abweichungen vom berechneten Durchfluss, ist dieser so anzupassen, dass die Abweichung vom berechneten Durchfluss höchstens 10 % beträgt.

Der Porenanteil ergibt sich aus dem Feststoffvolumen des zu untersuchenden Feststoffs und dem Volumen des damit befüllten Säulenabschnittes nach Gleichung (3).

$$n = 1 - \frac{M_T}{\rho_R \times (l \times \pi \times r^2)} \quad (3)$$

Dabei ist

- M_T die Trockenmasse des zu untersuchenden Feststoffs (siehe Anmerkung) in der Säule in Gramm, g (Gleichung (4));
- n der Porenanteil, dimensionslos;
- ρ_R die Korndichte des Feststoffs in Gramm je Kubikzentimeter, g/cm³.

ANMERKUNG Sofern die tatsächlichen Korndichten nicht bekannt sind, können zur Berechnung des Porenanteils, n , die in Anhang D enthaltenen typischen Korndichten, ρ_R , ausgewählter Feststoffe in Gleichung (3) eingesetzt werden. Für nicht in Anhang D enthaltene Feststoffe können die Korndichten anhand in Tabelle D.1 enthaltener ähnlicher Feststofftypen abgeschätzt werden. Für Gemische aus schwer perkolierbaren Stoffen mit Quarzsand wird die Masse des Gemisches verwendet und kann die Korndichte von reinem Quarzsand eingesetzt werden.

Die Trockenmasse des zu untersuchenden Feststoffs in der Säule ergibt sich aus der Masse der eingewogenen ungetrockneten Probe M_F , und dem Wassergehalt (nach Gleichung (1)) nach Gleichung (4):

$$M_T = M_F \times (1 - w) \quad (4)$$

9.4 Entnahme von Eluatfraktionen

9.4.1 Allgemeines

Die Sammelflasche (6.6) ist zu wechseln, wenn die vorgesehenen W/F-Bereiche erreicht sind. Zu jedem Wechsel sind die Zeit und das Volumen der Eluatfraktion zu dokumentieren. W/F-Verhältnisse (bezogen auf die Trockenmasse) sowie der Durchfluss und die Kontaktzeit über die Entnahmephase dieser Fraktion sind zu berechnen. Der Durchfluss ist gegebenenfalls anzupassen. Alle Werte sind im Prüfbericht anzugeben.

ANMERKUNG Falls für die Bewertung der späteren Untersuchungsergebnisse maßgeblich, sollten die elektrische Leitfähigkeit, die Temperatur, der pH-Wert und der DOC unverzüglich gemessen werden.