

DIN 19528

ICS 13.060.50

Ersatz für
DIN 19528:2009-01**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 44 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Inhalt

	Seite
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Grundlagen des Verfahrens	7
5 Reagenzien	7
6 Geräte	7
7 Probenvorbehandlung und -vorbereitung	8
8 Bestimmung des Wassergehalts	9
9 Durchführung	9
9.1 Temperatur	9
9.2 Packen der Säule	9
9.3 Perkolation	10
9.3.1 Elutionsmittel	10
9.3.2 Aufsättigung	10
9.3.3 Durchführung der Perkolation	11
9.4 Entnahme von Eluatfraktionen	11
9.4.1 Allgemeines	11
9.4.2 Grundlegende Charakterisierung (ausführlicher Säulenversuch)	11
9.4.3 Übereinstimmungsuntersuchung (Säulenkurztest)	12
9.5 Vorbereitung der Eluate für die Analyse	13
9.5.1 Allgemein	13
9.5.2 Vorbereitung der Eluate für die Analyse organischer Parameter	13
9.5.3 Vorbereitung der Eluate für die Analyse anorganischer Parameter	13
10 Blindwertkontrolle	14
11 Prüfbericht	14
Anhang A (normativ) Untersuchung schwer perkolierbarer Stoffe mit Sandzumischung	16
A.1 Allgemeines	16
A.2 Probenvorbehandlung und -vorbereitung der Mischung aus Prüfprobe und Quarzsand	16
A.3 Perkolation	16
Anhang B (informativ) Verfahrenskennndaten	18
Anhang C (informativ) Schematische Darstellung des Säulenversuchs mit den dazugehörigen Geräten und Versuchskomponenten	37
Anhang D (informativ) Beispiele zur Versuchsplanung	38
Anhang E (informativ) Anhaltswerte für Korndichten ausgewählter Feststoffe	40
Anhang F (informativ) Einbauverfahren in der Säule	41
Anhang G (informativ) Geeignete Werkstoffe	43
Literaturhinweise	44

Bilder

Bild C.1 — Beispiel für einen Versuchsaufbau	37
--	----

Tabellen

Tabelle 1 — Zusammenhang zwischen Korngröße und Mindestprobenmenge bei Sandzumischung bezogen auf die Prüfprobe	9
Tabelle 2 — W/F-Verhältnisse für die grundlegende Charakterisierung	12
Tabelle 3 — W/F-Verhältnis für die Übereinstimmungsuntersuchung	12
Tabelle A.1 — Zugelassene Mischungsverhältnisse	17
Tabelle B.1 — Verfahrenskennndaten VRVRMBO — Anorganische Parameter	19
Tabelle B.2 — Verfahrenskennndaten VRVRMBO — PAK	21
Tabelle B.3 — Verfahrenskennndaten VRVRMBS — Sulfat	23
Tabelle B.4 — Verfahrenskennndaten VRVRMBS — Elemente	24
Tabelle B.5 — Verfahrenskennndaten VRVRMBS — PAK	25
Tabelle B.6 — Verfahrenskennndaten VRVRMMVA — Salze	27
Tabelle B.7 — Verfahrenskennndaten VRVRMMVA — Elemente	28
Tabelle B.8 — Verfahrenskennndaten VRVRMSWS — Fluorid	30
Tabelle B.9 — Verfahrenskennndaten VRVRMSWS — Elemente	31
Tabelle B.10 — Verfahrenskennndaten PAH [$\mu\text{g/l}$]	32
Tabelle B.11 — Verfahrenskennndaten DIN 19528 PCB [$\mu\text{g/l}$]	34
Tabelle B.12 — Verfahrenskennndaten MKW [$\mu\text{g/l}$]	35
Tabelle B.13 — Verfahrenskennndaten Phenole [$\mu\text{g/l}$]	35
Tabelle D.1 — Beispiel Säulenversuch, Innendurchmesser Säule 10 cm, Füllhöhe 40 cm, Anströmschicht 1,5 cm (188 g), Abströmschicht 1,0 cm (125 g), Kontaktzeit 5 h, benötigte Trockenmasse der Probe etwa 5 340 g bei einer Porosität von 35 % und einer Korndichte von $2,6 \text{ g/cm}^3$	38
Tabelle D.2 — Beispiel Säulenversuch, Innendurchmesser Säule 5,86 cm, Füllhöhe 25 cm, Anströmschicht 1,5 cm (64 g), Abströmschicht 1,0 cm (43 g), Kontaktzeit 5 h, benötigte Trockenmasse der Probe etwa 1 146 g bei einer Porosität von 35 % und einer Korndichte von $2,6 \text{ g/cm}^3$	38
Tabelle D.3 — Beispiel Säulenversuch mit 50 % Quarzsandzumischung, Innendurchmesser Säule 5,00 cm, Füllhöhe 30 cm, Anströmschicht 1,5 cm (47 g), Abströmschicht 1,0 cm (31 g), Kontaktzeit 6,3 h, benötigte Trockenmasse der Prüfprobe etwa 500 g und 500 g Quarzsand bei einer Porosität von 40 % und einer Korndichte von $2,85 \text{ g/cm}^3$ (Quarzsand)	39
Tabelle E.1 — Beispielhafte Korndichten für ausgewählte Feststoffe	40

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Unterausschuss NA 119-01-02-05 UA „Elutionsverfahren“ im Arbeitsausschuss NA 119-01-02 AA „Abfall- und Bodenuntersuchung (Koordinierung ISO/TC 190; ISO/TC 275, CEN/TC 308, CEN/TC 444, CEN/SABE/ENV)“ im DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW) erarbeitet.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. DIN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN 19528:2009-01 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Abschnitt 2 „Normative Verweisungen“ aktualisiert;
- b) Überarbeitung der Probenvorbereitung;
- c) Änderung des Größtkorns von < 32 mm auf < 22,4 mm zur Anpassung an die europäische Bauproduktenorm EN 16637-3;
- d) Verlängerung der Kontaktzeit für die Aufsättigung und Perkolation auf 5 h bis 7,5 h;
- e) Änderung der zulässigen nominalen Siebweiten der Siebgeräte auf 2 mm, 4 mm, 10 mm und 22,4 mm;
- f) Überarbeitung des Flüssig-Fest-Trennschrittes;
- g) Überarbeitung des Anteils der Sandzumischung von 80 % auf 50 % bis 80 %;
- h) Fließgeschwindigkeit für Aufsättigung und Perkolation gleichgesetzt;
- i) Verwendung von 0,001 molarer Calciumchlorid-Lösung als Elutionsmittel für Bodenmaterial und Baggergut;
- j) Literaturhinweise aktualisiert;
- k) Präzisierung der Blindwertkontrolle;
- l) Norm redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN 19528: 2009-01

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 in Form eines „ausführlichen Säulenversuchs“ genutzt, um Informationen über das kurz- und langfristige Elutionsverhalten von Feststoffen zu gewinnen. Die Prüfungen berücksichtigen unterschiedliche Wasser/Feststoff-Verhältnisse (W/F-Verhältnisse) und erfassen Faktoren, welche die Elution von Stoffen beeinflussen, z. B. pH-Wert, elektrische Leitfähigkeit, gelöster organischer Kohlenstoff (DOC, en: dissolved organic carbon) bzw. Trübung (Kolloide).
- 2) „Verfahren zur Übereinstimmungsuntersuchung“ werden in Form eines „Säulenkurztests“ 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 diesem Dokument beschriebene Verfahren gehört zu der Kategorie 1 „Grundlegende Charakterisierung als ausführlicher Säulenversuch“ und zu der Kategorie 2: „Verfahren zur Übereinstimmungsuntersuchung“ in Form eines Säulenkurztests. Die Kategorie 3 „Verifizierungsprüfung vor Ort“ ist nicht Bestandteil dieses Dokuments.

Dieses Dokument wurde von Fachleuten für Fachleute entwickelt.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Perkolationsverfahren im Aufwärtsstrom zur Ermittlung der eluierbaren anorganischen und organischen Stoffanteile bei unterschiedlichen Wasser/Feststoff-Verhältnissen fest. Dieses Perkolationsverfahren ist u. a. für die grundlegende Charakterisierung oder für Übereinstimmungsuntersuchungen von Feststoffen geeignet.

ANMERKUNG 1 Das Anwendungsspektrum dieses Dokuments unterliegt einer dynamischen Entwicklung und gilt nach vorliegendem Stand für die im Anhang B validierten Parameter (Elemente/Verbindungen).

Das Verfahren ist für leichtflüchtige oder biologisch sehr leicht abbaubare Stoffe nicht bzw. nur bedingt geeignet.

Zur Untersuchung werden Feststoffe mit einer Korngröße bis 22,4 mm eingesetzt. Feststoffe mit einer Korngröße > 22,4 mm werden gegebenenfalls zerkleinert (siehe dazu Abschnitt 7).

ANMERKUNG 2 Verfahrenskenndaten validierter Parameter siehe Anhang B.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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 5667-3:2019-07, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 3: Konservierung und Handhabung von Wasserproben (ISO 5667-3:2018); Deutsche Fassung EN ISO 5667-3:2018*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

DIN und DKE stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- DIN-TERMinologieportal: verfügbar unter <https://www.din.de/go/din-term/>
- DKE-IEV: verfügbar unter <https://www.dke.de/DKE-IEV>

3.1

Wasser/Feststoff-Verhältnis im Perkolationsverfahren

W/F-Verhältnis

Verhältnis des bis zur Eluat-Fraktions-Entnahme, nach der Aufsättigungsphase, insgesamt durch die Säule geströmten Flüssigkeitsvolumen (in Liter) zur eingebauten Trockenmasse der Prüfprobe (hier: Feststoff in kg Trockenmasse)

3.2

Laborprobe

Feststoffprobe, die dem Labor übergeben oder von diesem erhalten wird

3.3

Prüfprobe

aus der Laborprobe ggf. durch Aufbereitungsschritte gewonnene Teilprobe, wie sie der Elution unterzogen wird

3.4**Eluat**

wässrige Lösung, die durch eine im Labor durchgeführte Elution gewonnen wird

3.5**Korndichte**

Dichte eines Kornes einschließlich der nicht von außen zugänglichen intragranularen Porenräume

3.6**Kontaktzeit**

Verweildauer des Eluenten innerhalb der zu perkolierenden Prüfprobe

4 Grundlagen des Verfahrens

Die Prüfprobe wird mit dem Elutionsmittel im Aufwärtsstrom bei festgelegter Kontaktzeit perkoliert. Das Verfahren liefert wässrige Eluate für die anschließende Untersuchung anorganischer und organischer Stoffe.

5 Reagenzien

5.1 Wasser, deionisiert mit einer maximalen Leitfähigkeit von 0,5 mS/m.

5.2 Calciumchlorid (zur Analyse).

5.3 Quarzsand, Körnung 0,6 mm bis 1,2 mm, blindwertfrei, gewaschen und bei maximal 40 °C luftgetrocknet. Thermisch behandelter Quarzsand darf ohne Waschen nicht verwendet werden.

ANMERKUNG Das Waschen des Sandes dient der Entfernung von anhaftendem Feinstkorn und der Deaktivierung von Oberflächen. Jede nachfolgende thermische Behandlung aktiviert Oberflächen, was zu nicht reproduzierbaren Ergebnissen führt.

6 Geräte**6.1 Allgemeines**

Es muss sichergestellt werden, dass durch die verwendeten Geräte und Materialien weder Blindwerte erzeugt werden, noch Verluste, z. B. durch Sorption, auftreten. Der informative Anhang C enthält eine schematische Darstellung des Säulenversuchs und der Anhang G eine Tabelle mit geeigneten Werkstoffen.

6.2 Perkolationsgerät, bestehend aus

6.2.1 Säule mit Verschlüssen aus geeigneten Werkstoffen (siehe Anhang G), Innendurchmesser mindestens 5 cm.

Dabei muss beachtet werden, dass der Säuleninnendurchmesser mindestens den 3-fachen Durchmesser des Größtkorns aufweist. Die mit der Prüfprobe (ohne An- und Abströmschicht) befüllte Säulenhöhe muss mindestens dem 4-fachen Säuleninnendurchmesser entsprechen.

Bei der Untersuchung auf organische Bestandteile müssen zur Minderung des biologischen und des photochemischen Abbaus die befüllten Säulen vor Lichteinstrahlung geschützt werden (z. B. Verwendung von Braunglas oder Einwickeln in Alufolie).

6.2.2 An- und Abströmschicht, z. B. ein Quarzsandbett (5.3) oder geeignete Filterscheiben (z. B. Glasfritten), um ein gleichmäßiges An- und Abströmen des Eluenten über den gesamten Querschnitt der Säule sicherzustellen (siehe Bild C.1).

ANMERKUNG Bei der Verwendung eines Quarzsandbettes kann an der Zu- und Ablaufleitung Quarzwolle unmittelbar vor die Leitungsöffnungen eingebracht werden, um eine Verstopfung der Leitungen zu vermeiden.

6.2.3 Pumpe mit einstellbarer Flussrate.

6.3 Laborwaage, Fehlergrenzen höchstens 0,1 g.

6.4 Trübungsmessgerät.

6.5 Leitungen, die die Anforderungen nach 6.1 erfüllen.

6.6 Sammelflaschen, entsprechend Anhang G für die Eluatsammlung und Konservierung von Eluatproben mit Schraubverschluss mit inertem Dichtmaterial.

Überdruck in den Sammelflaschen muss vermieden werden (z. B. durch Entlüftungskanüle, siehe Bild C.1).

Bei der Untersuchung auf organische Bestandteile müssen zur Minderung des biologischen und des photochemischen Abbaus die Sammelflaschen vor Lichteinstrahlung geschützt werden (z. B. Verwendung von Braunglas oder Einwickeln in Alufolie).

ANMERKUNG Werden ausschließlich organische Verbindungen wie zum Beispiel Polyzyklische Aromatische Kohlenwasserstoffe (PAK) untersucht, kann ein geeignetes Lösemittel in den Sammelflaschen vorgelegt werden, um u. a. Bioabbau und Verflüchtigung zu vermindern. Dabei können partikelgetragene Stoffanteile mit extrahiert werden.

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 zur Untersuchung der organischen Stoffanteile; z. B. aus PE zur Untersuchung anorganischer Stoffanteile.

6.8 Membranfilter mit Filtrationshilfe, mit einer Porengröße 0,45 µm (verwendbar ausschließlich zur anschließenden Bestimmung anorganischer Parameter).

6.9 Siebgeräte mit Sieben von 2 mm, 4 mm, 10 mm und 22,4 mm nominaler Siebweite.

6.10 Zerkleinerungsvorrichtung, Vorrichtung, die das schonende Zerkleinern des Überkorns ermöglicht, z. B. Backenbrecher mit einer Spaltbreite von etwa 22 mm.

7 Probenvorbehandlung und -vorbereitung

Grundsätzlich muss die Laborprobe unverändert im Original untersucht werden. Falls die Rieselfähigkeit nicht gegeben ist, kann eine Lufttrocknung (< 40 °C) bis zu einer Restfeuchte erfolgen, die die nachfolgende Siebung und Probenteilung ermöglicht.

ANMERKUNG 1 Eine Trocknung kann, z. B. bei Feststoffen aus Quellen mit reduzierendem Milieu oder bei organischen Bestandteilen, zu verändertem Elutionsverhalten führen.

Bei Feststoffen mit einem Größtkorn über 22,4 mm muss die Siebfraction > 22,4 mm schonend gebrochen werden (6.10). Anschließend muss daraus die Körnung 10/22,4 mm abgetrennt werden (6.9). Diese Körnung muss der Siebfraction 0/22,4 mm in dem Massenanteil zugefügt werden, in dem der Anteil > 22,4 mm in der Ausgangskörnung vorlag. Die so gewonnene Probe stellt die Prüfprobe dar.

Bei stofflich homogenen Feststoffen mit einem Größtkorn > 22,4 mm kann der Anteil > 22,4 mm abgesiebt und das Überkorn massenmäßig erfasst und beschrieben werden. Bei der so gewonnenen Fraktion 0/22,4 mm handelt es sich in diesem Fall um die Prüfprobe.

ANMERKUNG 2 Für Feststoffe, bei denen Kontaminationen überwiegend an der Oberfläche vermutet werden, kann nach der Zerkleinerung des Überkorns die daraus gewonnene Fraktion 0/22,4 mm vollständig (inklusive der Fraktion < 10 mm) dem ursprünglichen Siebdurchgang der Laborprobe 0/22,4 mm zugefügt werden, um die Belastungen an der Oberfläche vollständig zu erfassen.

Bindige Feststoffe werden luftgetrocknet und auf Aggregate < 4 mm zerkleinert in die Säule eingefüllt.

Schwer perkolierbare Feststoffe werden untersucht, indem der Feststoff mit einem Anteil von 50 % bis 80 % Quarzsand (5.3) vermischt, eingebaut und perkoliert wird entsprechend Anhang A.

Tabelle 1 — Zusammenhang zwischen Korngröße und Mindestprobenmenge bei Sandzumischung bezogen auf die Prüfprobe

Größtkorn mm	Mindestprobenmenge g Trockenmasse
≤ 2	100
> 2 bis 10	250
> 10 bis 22,4	1 000

Bei Prüfungen mit Sandzumischungen gilt die Mindestprobenmenge für das zerkleinerte Ausgangsmaterial. Wird für analytische Zwecke ein größeres Eluatvolumen benötigt, muss entsprechend mehr Probenmenge eingesetzt werden. Eine Aufteilung der Prüfprobe auf mehrere Säulen darf erfolgen. Die erhaltenen Eluate müssen unmittelbar nach der Elution vereinigt werden.

8 Bestimmung des Wassergehalts

Der Wassergehalt der zur Perkolation eingesetzten Prüfprobe (gegebenenfalls auch lufttrocken) muss an einer Teilmenge durch Trocknung bei $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ bis zur Gewichtskonstanz bestimmt und nach Gleichung (1) berechnet werden.

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

Dabei ist

w der Wassergehalt der feuchten Prüfprobe, dimensionslos;

M_F die Masse der feuchten Prüfprobe in Gramm, g;

M_T die Trockenmasse in Gramm, g.

ANMERKUNG Die Berechnung des Wassergehalts nach Gleichung (1) bezieht sich auf die feuchte Probe.

9 Durchführung

9.1 Temperatur

Die Perkulationsprüfung muss bei einer Temperatur von 19°C bis 25°C durchgeführt werden.

9.2 Packen der Säule

Die Prüfprobe muss so in die Säule gepackt werden, dass folgende Randbedingungen eingehalten werden (siehe auch Anhang F):

- Mindestfüllhöhe 4-facher Säuleninnendurchmesser;
- Mindestprobenmenge nach Tabelle 1 muss insbesondere bei Sandzumischung beachtet werden;
- lagenweises Einfüllen der Prüfprobe. Für jede Lage werden etwa 5 cm des Feststoffs eingefüllt, dabei müssen Kornentmischungen und Hohlräume vermieden werden (ggf. leicht verdichten);

- An- und Abströmschicht (Anströmschicht mindestens 1,5 cm; Abströmschicht, nur sofern erforderlich und höchstens 1 cm).

Die Masse der eingebauten Prüfprobe muss auf 1 g genau mittels Waage (6.3) bestimmt werden.

Nach dichtem Verschließen der Säule und Anbringen der Zu- und Ablaufleitungen kann mit der Aufsättigung nach 9.3.2 begonnen werden.

9.3 Perkolation

9.3.1 Elutionsmittel

Das Standard Elutionsmittel ist deionisiertes Wasser nach 5.1.

Ausschließlich für Bodenmaterial (BM) und Baggergut (BG) mit weniger als 10 Volumen % an mineralischen Fremdbestandteilen (siehe DIN 19731) wird eine 0,001 molare Calciumchlorid-Lösung verwendet, die hergestellt wird, indem 0,147 g $\text{CaCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ (5.2) in Wasser (5.1) gelöst und auf 1 000 ml aufgefüllt werden.

ANMERKUNG 1 Trübungen > 100 FNU können bei der Elution von Bodenmaterial und Baggergut auftreten. Das wird i. d. R. durch die Verwendung einer Calciumchlorid-Lösung als Elutionsmittel vermieden.

Wenn bei der Untersuchung von Bodenmaterial oder Baggergut Chlorid ein Parameter von Interesse ist, dann wird deionisiertes Wasser (5.1) als Elutionsmittel oder der blindwertbereinigte Messwert verwendet.

ANMERKUNG 2 Wenn die nachfolgende Analytik durch die Verwendung einer Calciumchlorid-Lösung als Elutionsmittel negativ beeinträchtigt werden könnte (z. B. eine Direktinjektion an LC-MS-Systemen), kann alternativ deionisiertes Wasser als Elutionsmittel eingesetzt werden.

ANMERKUNG 3 Die in Anhang B genannten Validierungsdaten gelten auch bei Verwendung von 0,001 molarer Calciumchlorid-Lösung als Elutionsmittel (siehe DIN EN ISO 21268-3).

9.3.2 Aufsättigung

Die Prüfprobe in der Säule muss im Aufwärtsstrom von unten nach oben mit dem Elutionsmittel gesättigt werden. Der Durchfluss q für die Sättigung muss nach Gleichung (2) berechnet werden, indem eine Sättigungsdauer t von mindestens 5 h und maximal 7,5 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 der Probe befüllten Säulenabschnittes (ohne An- und Abströmschicht) in Zentimeter, cm;

n der Porenanteil (bzw. die Porosität) der Probe in der Säule, dimensionslos;

t die Aufsättigungsdauer bzw. Kontaktzeit während der Elution in Stunden, h.

Der Porenanteil n ergibt sich 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 der Prüfprobe in der Säule in Gramm, g [Gleichung (4)];

n der Porenanteil, dimensionslos;

ρ_R die Korndichte der Prüfprobe in Gramm je Kubikzentimeter, g/cm³.

ANMERKUNG 1 Sofern die tatsächlichen Korndichten nicht bekannt sind, können zur Berechnung des Porenanteils n die in Anhang E enthaltenen typischen Korndichten ρ_R ausgewählter Feststoffe in Gleichung (3) eingesetzt werden. Für nicht in Anhang E enthaltene Feststoffe können die Korndichten anhand in Tabelle E.1 enthaltener ähnlicher Feststofftypen abgeschätzt werden

Die Trockenmasse der Prüfprobe in der Säule ergibt sich aus der Masse der eingewogenen gegebenenfalls luftgetrockneten Probe M_F und dem Wassergehalt [nach Gleichung (1)] nach Gleichung (4):

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

Der Sättigungsfortschritt muss kontrolliert und der Durchfluss ggf. nachjustiert werden, um die geforderte Mindestsättigungsdauer sicherzustellen.

ANMERKUNG 2 Eine schiefe Benetzungsfront kann auf eine ungleichmäßige Säulenpackung hindeuten. Gegebenenfalls wäre es sinnvoll, die Säule neu zu packen.

In Tabelle D.1 bis Tabelle D.3 sind verschiedene Beispiele zur Versuchsplanung aufgelistet.

9.3.3 Durchführung der Perkolation

Unmittelbar nach der Aufsättigung beginnt die eigentliche Perkolation mit derselben Fließgeschwindigkeit, die für die Aufsättigung gewählt bzw. berechnet wurde. Ergeben sich über die Dauer der Prüfung Abweichungen vom ursprünglich eingestellten Durchfluss, muss dieser so angepasst werden, dass die Abweichung vom ursprünglich eingestellten Durchfluss höchstens 10 % beträgt.

9.4 Entnahme von Eluatfraktionen

9.4.1 Allgemeines

Die Sammelflasche (6.6) muss gewechselt werden, wenn die vorgesehenen W/F-Verhältnisse erreicht sind. Zu jedem Wechsel müssen die Zeit und das Volumen der Eluatfraktion dokumentiert werden. W/F-Verhältnisse (bezogen auf die Trockenmasse) sowie der Durchfluss und die Perkulationsdauer (ohne Aufsättigungszeit) über die Entnahmephase dieser Fraktion müssen berechnet werden. Der Durchfluss muss gegebenenfalls nachjustiert werden (siehe 9.3.2).

Falls für die Bewertung der späteren Untersuchungsergebnisse maßgeblich, sind die Parameter die elektrische Leitfähigkeit, die Temperatur, den pH-Wert und gegebenenfalls der DOC zeitnah zu messen.

9.4.2 Grundlegende Charakterisierung (ausführlicher Säulenversuch)

Für die grundlegende Charakterisierung (ausführlicher Säulenversuch siehe Einleitung) muss nach allen in Tabelle 2 enthaltenen W/F-Verhältnissen beprobt und analysiert werden.

ANMERKUNG 1 Der Zeitraum bis zum Erreichen eines bestimmten W/F-Verhältnisses und damit die Versuchsdauer hängen von Dichte und Porosität des eingesetzten Feststoffs ab (Beispiele siehe Anhang D).

Tabelle 2 — W/F-Verhältnisse für die grundlegende Charakterisierung

Fraktion-Nr.	W/F-Verhältnis l/kg TS	Erwartetes Eluatvolumen in der jeweiligen Fraktion ml
1	$0,30 \pm 0,05$	$(0,30 \pm 0,05) \times M_T$
2	$1,0 \pm 0,2$	$(0,7 \pm 0,2) \times M_T$
3	$2,0 \pm 0,4$	$(1,0 \pm 0,4) \times M_T$
4	$4,0 \pm 0,8$	$(2,0 \pm 0,8) \times M_T$

ANMERKUNG 2 Für spezielle Fragestellungen kann es sinnvoll sein, die Entnahmefrequenz zeitlich enger zu setzen oder zur Langzeitbeobachtung spätere Entnahmen zu weiteren W/F-Verhältnissen einzufügen.

ANMERKUNG 3 Falls für die chemische Analyse größere Eluatvolumina benötigt werden, können diese durch Vereinigung der Eluate von mehreren oder Versuchsansätzen mit größeren Säulendimensionen gewonnen werden.

9.4.3 Übereinstimmungsuntersuchung (Säulenkurztest)

Für die Übereinstimmungsuntersuchung (Säulenkurztest siehe Einleitung) muss das gesamte Eluat in einer Fraktion bis zum W/F-Verhältnis $(2,00 \pm 0,05)$ l/kg TS in einer Sammelflasche (6.6) geeigneten Volumens aufgefangen werden, siehe Tabelle 3.

Tabelle 3 — W/F-Verhältnis für die Übereinstimmungsuntersuchung

Fraktion-Nr.	W/F-Verhältnis l/kg TS	Erwartetes Eluatvolumen ml
1	$2,00 \pm 0,05$	$(2,00 \pm 0,05) \times M_T$

Das Ergebnis der Übereinstimmungsuntersuchung kann aus dem Ergebnis der grundlegenden Charakterisierung rechnerisch unter der Voraussetzung ermittelt werden, dass Fraktion 3 bei einem W/F-Verhältnis von $(2,00 \pm 0,05)$ l/kg TS beprobt wird. Die berechnete Konzentration $[c_j]$ in Gleichung (7)] erhält man, indem die Summe aus den freigesetzten Mengen $[A_i]$ in Gleichung (5)] der Fraktionen 1 bis 3 durch das W/F-Verhältnis der Fraktion 3 dividiert wird. Das gilt nicht für den pH-Wert.

Für jeden Bestandteil müssen die freigesetzten Mengen in allen Eluatfraktionen nach Gleichung (5) berechnet werden.

$$A_i = \frac{V_i \times C_i}{M_T} \cdot 1\,000 \quad (5)$$

Dabei ist

i der Index der Eluatfraktion (1, 2, ..., 4);

A_i die freigesetzte Menge des Stoffes in der Eluatfraktion i bezogen auf die Trockenmasse des zu untersuchenden Feststoffes in Milligramm je Kilogramm, mg/kg;

V_i das Volumen der Eluatfraktion i in Liter, l;

C_i die Konzentration des betreffenden Bestandteils in der Eluatfraktion i in Milligramm je Liter, mg/l;

M_T die Trockenmasse des zu untersuchenden Feststoffes in Gramm, g.

Für jeden Bestandteil die kumulativ freigesetzte Menge (ΣA_i) berechnen, indem die freigesetzten Mengen dieses bestimmten Bestandteils summiert werden, die in den verschiedenen Eluatfraktionen gemessen wurden.

Wenn die Konzentration eines Bestandteils in einer oder mehreren Eluatfraktionen unter der Bestimmungsgrenze liegt, für diesen Bestandteil zwei Berechnungen durchführen, um sowohl die Ober- als auch die Untergrenze von (ΣA_i) angeben zu können:

- die Obergrenze von A_i berechnen, indem C_i der Bestimmungsgrenze gleichgesetzt wird;
- die Untergrenze von A_i berechnen, indem C_i gleich 0 gesetzt wird.

Berechnung der „kumulierten“ Konzentration aus den freigesetzten Mengen

$$c_j = \frac{\Sigma A_i}{j} \quad (6)$$

Dabei ist

j tatsächliches W/F-Verhältnis bei Fraktion i , in l/kg (unter Einhaltung der zulässigen Toleranzen entsprechend Tabelle 2);

c_j berechnete Konzentration bis j , in mg/l.

BEISPIEL für W/F 2 l/kg ($i = 1$ bis 3 und $j = 2$):

$$c_j = \frac{A_1 + A_2 + A_3}{2} \quad (7)$$

9.5 Vorbereitung der Eluate für die Analyse

9.5.1 Allgemein

Das Eluat bzw. die jeweilige Eluatfraktion muss für die unterschiedlichen chemischen Analysen in eine geeignete Anzahl von Teilproben geteilt und diese müssen nach den Anforderungen der spezifischen Analyseverfahren oder, wenn solche keine entsprechenden Anforderungen enthalten, nach DIN EN ISO 5667-3 konserviert werden.

9.5.2 Vorbereitung der Eluate für die Analyse organischer Parameter

Für die Bestimmung von organischen Stoffen muss ein Aliquot der jeweiligen Eluatfraktion ohne weitere Separations- und Filtrationsschritte analysiert werden. Nur für den Fall trüber Eluate muss die Trübung durch Zentrifugation (6.7) mittels Kühlzentrifuge bei 20 °C bis FNU < 100 FNU reduziert werden. Eine Filtration ist unzulässig. Die maximale Zentrifugationsdauer bei 20 000 g liegt bei 30 min, Berechnung alternativer Zentrifugationsbedingungen siehe DIN 19529:2023-07, Anhang A.

9.5.3 Vorbereitung der Eluate für die Analyse anorganischer Parameter

Für die Bestimmung von anorganischen Stoffen muss ein Aliquot der jeweiligen Eluatfraktion über ein 0,45 μm -Membranfilter (6.8) filtriert werden.

Zur Vermeidung von Eigenfiltration durch die Bildung von Filterkuchen bei der Untersuchung auf anorganische Stoffe sollte bei trüben Eluaten vorher bei mindestens 2 000 g mittels Kühlzentrifuge (6.7) bei 20 °C zentrifugiert werden bis FNU < 100 erreicht ist.

Das Verhältnis des Filtrationsvolumens zur Filteroberfläche sollte 6,3 ml/cm² (entspricht z. B. 1 000 ml bei konventionellem Filter mit 142 mm Durchmesser) nicht überschreiten. Wenn es zur Erlangung der Blindwertfreiheit notwendig sein sollte, muss der zu verwendende Filter mit Elutionsmittel oder mit Eluat vorgespült werden. Zur Einhaltung des vorgegebenen Verhältnisses von Filtrationsvolumen zur Filteroberfläche muss mit

einem entsprechenden Aliquot weitergearbeitet werden. Je nach der für die Analytik benötigten Eluatmenge müssen ggf. mehrere Aliquote unter Einsatz jeweils neuer Filter filtriert werden. Auf diese Weise gewonnene Filtrate der gleichen Elution werden vereinigt.

10 Blindwertkontrolle

Um die Durchführung des gesamten Verfahrens so weit wie möglich zu prüfen, müssen regelmäßig Elutionen mit Blindproben durchgeführt werden. Hierzu muss die Säule mit allem in der Prüfung verwendeten Komponenten, einschließlich An- und Abströmschichten und ggf. zugemischter Quarzsand, außer der Prüfprobe mit Elutionsmittel gefüllt werden. Nach einer Einwirkzeit von 24 h wird das Elutionsmittel wieder abgelassen und daraus die Blindwerte bestimmt:

- 1 × wöchentlich für Leitfähigkeit und DOC, sofern das Labor in diesem Zeitraum Elutionstests durchgeführt hat.
- 2 × je Jahr für alle Parameter, für die das Dokument validiert ist, sofern das Labor diese Parameter in der Routine bestimmt.

ANMERKUNG Die Messung des DOC dient der Ermittlung von organischen Kontaminationen, die auch die Schwermetall-Auslaugung beeinflussen können.

Blindwerte dürfen nicht von den Ergebnissen des Elutionstests abgezogen werden und müssen in Blindwertkontrollkarten dokumentiert werden. Ausnahme Chlorid bei der Verwendung von Calciumchlorid als Elutionsmittel (siehe 9.3.1).

Die parameterspezifisch ermittelten Blindwerte dürfen die definierten Mindestbestimmungsgrenzen nicht mehr als Faktor 2 überschreiten.

11 Prüfbericht

Der Prüfbericht muss mindestens folgende Angaben enthalten:

- a) Verweisung auf dieses Dokument, einschließlich Ausgabedatum;
- b) die vollständige Identifizierung der Laborprobe;
- c) Datum der Perkulationsprüfung (Beginn und Ende mit Uhrzeit);
- d) eingesetzte Sandzumischung bei Verwendung von Anhang A;
- e) Trockenmasse der Prüfprobe (M_T);
- f) Angaben zum Einbauverfahren;
- g) Säulendimensionen (Innendurchmesser und Füllhöhe), in Zentimeter (cm);
- h) verwendetes Elutionsmittel;
- i) berechneten und tatsächlichen Durchfluss (ml/min);
- j) Volumina (Volumen) der Eluatfraktion(en);
- k) W/F-Verhältnis(se) zum Zeitpunkt der Probenahme(n);
- l) pH-Wert, elektrische Leitfähigkeit und Trübung (letzteres nur bei der Bestimmung von organischen Parametern, vor und nach Zentrifugation) jeder Eluatfraktion;