DIN EN ISO 21268-3

ICS 13.080.05

Ersatz für
DIN SPEC 1130
(DIN ISO/TS 21268-3):2010-02

Bodenbeschaffenheit – Elutionsverfahren für die anschließende chemische und ökotoxikologische Untersuchung von Boden und von Bodenmaterialien – Teil 3: Perkolationstest im Aufwärtsstrom (ISO 21268-3:2019); Deutsche Fassung EN ISO 21268-3:2019

Soil quality –
Leaching procedures for subsequent chemical and ecotoxicological testing of soil and soil-like materials –
Part 3: Up-flow percolation test (ISO 21268-3:2019);
German version EN ISO 21268-3:2019

Qualité du sol –
Modes opératoires de lixiviation en vue d'essais chimiques et écotoxicologiques ultérieurs des sols et matériaux du sol –
Partie 3: Essai de percolation à écoulement ascendant (ISO 21268-3:2019);
Version allemande EN ISO 21268-3:2019

Gesamtumfang 54 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: DIN EN ISO 21268-3:2020-09

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 21268-3:2019) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 190 „Soil quality“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 444 „Prüfverfahren für die umweltbezogene Charakterisierung fester Matrices“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN (Niederlande) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Unterausschuss NA 119-01-02-05 UA „Elutionsverfahren“ im DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW).

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 3696	siehe	DIN ISO 3696
ISO 5667-3:2018	siehe	DIN EN ISO 5667-3:2019-07
ISO 5725-1:1994	siehe	DIN ISO 5725-1:1997-11
ISO 5725-2:1994	siehe	DIN ISO 5725-2:2000-05
ISO 7027-1	siehe	DIN EN ISO 7027-1
ISO 10523	siehe	DIN EN ISO 10523
ISO15799	Siehe	DIN ISO 15799
ISO 17616	siehe	DIN ISO 17616
ISO 18400-101	siehe	E DIN ISO 18400-101
ISO 18400-104	siehe	E DIN ISO 18400-104
ISO 18400-105	siehe	E DIN ISO 18400-105
ISO 18400-202	siehe	E DIN ISO 18400-202
ISO 18772	siehe	DIN EN ISO 18772

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 SPEC 1130 (DIN ISO/TS 21268-3):2010-02 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

a) maximale Korngröße wurde geändert in < 2 mm, wie für Boden üblich;

b) das vollentsalzte Wasser wurde als mögliches Elutionsmittel zugefügt;

c) der Säulendurchmesser wurde von „5 cm oder 10 cm“ in „5 cm bis 10 cm“ geändert;

d) die Durchflussrate von 30 cm/d wurde als Option auf der Grundlage der Robustheitsprüfung hinzugefügt;

e) 7.1 und 7.2 wurden ausgetauscht und in 7.1 „Korngröße“ und 7.2 „Probenvorbereitung“ umbenannt;

f) 11.1 „Allgemeines“, 12.2 „In Japan durchgeführte Validierungsversuche“ und 12.3 „In Deutschland erhaltene Validierungsergebnisse (DIN 19528)“ wurden hinzugefügt;

g) B.2 „Korngrößenverteilung“ wurde gelöscht;

h) ein neuer informativer Anhang C „Berechnung der Zentrifugationsdauer in Abhängigkeit von der Zentrifugationsgeschwindigkeit und den Rotormaßen“ wurde hinzugefügt;

i) Verweisungen in Abschnitt 2 und Literaturhinweise wurden aktualisiert;

j) Norm wurde redaktionell überarbeitet.

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: DIN EN ISO 21268-3:2020-09

Frühere Ausgaben

DIN SPEC 1130 (DIN ISO/TS 21268-3): 2010-02

Nationaler Anhang NA
(informativ)

Literaturhinweise

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*

DIN EN ISO 7027-1, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung der Trübung — Teil 1: Quantitative Verfahren*

DIN EN ISO 10523, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung des pH-Werts*

DIN EN ISO 18772, *Bodenbeschaffenheit — Anleitung für Elutionsverfahren für die nachfolgende chemische und ökotoxikologische Prüfung von Böden und Bodenmaterialien*

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

DIN ISO 5725-1:1997-11, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe (ISO 5725-1:1994)*

DIN ISO 5725-2:2000-05, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens (ISO 5725-2:1994)*

DIN ISO 15799, *Bodenbeschaffenheit — Anleitung zur ökotoxikologischen Charakterisierung von Böden und Bodenmaterialien*

DIN ISO 17616, *Bodenbeschaffenheit — Anleitung für die Auswahl und Beurteilung von Biotestverfahren zur ökotoxikologischen Charakterisierung von Böden und Bodenmaterialien*

E DIN ISO 18400-101, *Bodenbeschaffenheit — Probenahme — Teil 101: Rahmen für die Vorbereitung und Anwendung eines Probenahmeplans*[*)]

E DIN ISO 18400-104, *Bodenbeschaffenheit — Probenahme — Teil 104: Strategien*[*)]

E DIN ISO 18400-105, *Bodenbeschaffenheit — Probenahme — Teil 105: Verpackung, Transport, Lagerung, Konservierung*[*)]

E DIN ISO 18400-202, *Bodenbeschaffenheit — Probenahme — Teil 202: Historische Recherchen*[*)]

[*)] Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung befindet sich die Norm im Entwurf.

AVA Documents Document Sharing Hub

Full document details: DIN EN ISO 21268-3:2020-09

— Leerseite —

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: DIN EN ISO 21268-3:2020-09

EUROPÄISCHE NORM

EUROPEAN STANDARD

NORME EUROPÉENNE

EN ISO 21268-3

Oktober 2019

ICS 13.080.05

Ersetzt CEN ISO/TS 21268-3:2009

Deutsche Fassung

Bodenbeschaffenheit — Elutionsverfahren für die anschließende chemische und ökotoxikologische Untersuchung von Boden und von Bodenmaterialien — Teil 3: Perkolationstest im Aufwärtsstrom (ISO 21268-3:2019)

Soil quality —
Leaching procedures for subsequent chemical and ecotoxicological testing of soil and soil-like materials —
Part 3: Up-flow percolation test
(ISO 21268-3:2019)

Qualité du sol —
Modes opératoires de lixiviation en vue d'essais chimiques et écotoxicologiques ultérieurs des sols et matériaux du sol —
Partie 3: Essai de percolation à écoulement ascendant
(ISO 21268-3:2019)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 1. September 2019 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim CEN-CENELEC-Management-Zentrum oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, der Republik Nordmazedonien, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.

EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: DIN EN ISO 21268-3:2020-09

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort 4
Vorwort 5
Einleitung 7
1 Anwendungsbereich 8
2 Normative Verweisungen 8
3 Begriffe 9
4 Kurzbeschreibung 10
5 Reagenzien und Materialien 11
6 Prüfeinrichtung 11
7 Probenvorbehandlung 13
7.1 Vorbereitung der Laborprobe und Angabe der Korngröße 13
7.2 Vorbereitung der Prüfprobe 14
7.3 Messprobe 14
7.4 Bestimmung des Trockenmassegehalts 14
8 Verfahren 15
8.1 Temperatur 15
8.2 Herstellung des Eluents 15
8.3 Vorbereitung der Säule 16
8.4 Packen der Säule 16
8.5 Beginn der Prüfung 17
8.6 Probenahme und Flüssigkeits-/Feststoff-Abscheideschritt 18
8.7 Sammeln von zusätzlichen Eluatfraktionen 19
8.8 Weitere Vorbereitung der Eluate für die Analyse 20
8.9 Blindversuch 20
9 Berechnung 20
10 Prüfbericht 21
11 Analytische Bestimmung 22
11.1 Allgemeines 22
11.2 Angaben zum Blindversuch 22
12 Verfahrenskenndaten 22
12.1 Allgemeines 22
12.2 In Japan durchgeführte Validierungsversuche 23
12.2.1 In Übereinstimmung mit ISO/TS 21268-3:2007 durchgeführte Ringversuche 23
12.2.2 Robustheitsprüfung und Validierungsergebnisse unter Berücksichtigung des Ausgleichzeitraums und der Durchflussrate 24
12.3 In Deutschland erhaltene Validierungsergebnisse (DIN 19528 [5]) 25
12.3.1 Allgemeines 25
12.3.2 Ergebnisse für den Validierungsversuch 1 27
12.3.3 Ergebnisse für den Validierungsversuch 2 31
Anhang A (informativ) Vorschläge für das Packen der Säule, Wassersättigung und Herstellung von Gleichgewichtsbedingungen 41

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: DIN EN ISO 21268-3:2020-09

A.1 Allgemeines 41
A.2 Füllen und Packen der Säule 41
A.3 Wassersättigung 42

Anhang B (informativ) Begründung der bei der Entwicklung des Prüfverfahrens getroffenen Entscheidungen 43
B.1 Allgemeines 43
B.2 Säulenmaße 43
B.3 Fließrichtung des Elutionsmittels 44
B.4 Fließgeschwindigkeit des Elutionsmittels 44
B.5 Art des Elutionsmittels 45
B.6 L/S-Verhältnis 45
B.7 Temperatur 46
B.8 Nutzbringende Verwendung der Prüfergebnisse 46

Anhang C (informativ) Berechnung der Zentrifugationsdauer in Abhängigkeit von der Zentrifugationsgeschwindigkeit und den Rotormaßen 47
C.1 Allgemeines 47
C.2 Berechnungen 47

Anhang D (informativ) Zusätzliche Informationen zu Robustheitsprüfungen und Validierungsergebnissen beruhend auf Abfallmaterialien 49

Literaturhinweise 50

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: DIN EN ISO 21268-3:2020-09

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 21268-3:2019) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 190 „Soil quality“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 444 „Prüfverfahren für die umweltbezogene Charakterisierung fester Matrices“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis April 2020, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis April 2020 zurückgezogen werden.

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

Dieses Dokument ersetzt CEN ISO/TS 21268-3:2009.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die Republik Nordmazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Serbien, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 21268-3:2019 wurde von CEN als EN ISO 21268-3:2019 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: DIN EN ISO 21268-3:2020-09

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Themen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 190, *Soil quality,* Unterkomitee SC 7, *Impact assessment* erarbeitet.

Diese erste Ausgabe von ISO 21268-3:2019 ersetzt ISO/TS 21268-3:2007, die technisch überarbeitet wurde. Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

— die maximale Korngröße wurde geändert in < 2 mm, wie für Boden üblich;

— das vollentsalzte Wasser wurde als mögliches Elutionsmittel hinzugefügt;

— der Säulendurchmesser wurde von „5 cm oder 10 cm“ in „5 cm bis 10 cm“ geändert;

— die Durchflussrate von 30 cm/d wurde als Option auf der Grundlage der Robustheitsprüfung hinzugefügt;

— 7.1 und 7.2 wurden ausgetauscht und in 7.1 „Korngröße“ und 7.2 „Probenvorbereitung“ umbenannt;

— 11.1 „Allgemeines“, 12.2 „In Japan durchgeführte Validierungsringversuche“ und 12.3 „In Deutschland erhaltene Validierungsergebnisse (DIN 19528)“ wurden hinzugefügt;

— B.2 „Korngrößenverteilung“ wurde gelöscht;

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: DIN EN ISO 21268-3:2020-09

— ein neuer informativer Anhang C „Berechnung der Zentrifugationsdauer in Abhängigkeit von der Zentrifugationsgeschwindigkeit und den Rotormaßen“ wurde hinzugefügt;

— Verweisungen in Abschnitt 2 und Literaturhinweise wurden aktualisiert;

— Norm wurde redaktionell überarbeitet.

Eine Auflistung aller Teile der Normenreihe ISO 21268 ist auf der ISO-Internetseite abrufbar.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: DIN EN ISO 21268-3:2020-09

Einleitung

In verschiedenen Ländern sind Prüfverfahren für die Charakterisierung und Bewertung von Substanzen, die aus Materialien freigesetzt werden können, entwickelt worden. Die Freisetzung von löslichen Substanzen bei Kontakt mit Wasser wird als ein Hauptmechanismus der Freisetzung betrachtet, der zu einer potentiellen Gefährdung für die Umwelt bei der Verwendung oder Beseitigung von Materialien führt. Ziel dieser Prüfverfahren ist es, die Elutionseigenschaften von Materialien zu bestimmen. Die Komplexität des Elutionsprozesses macht Vereinfachungen erforderlich [1].

Von den für das Elutionsverhalten relevanten Gesichtspunkten können nicht alle in einer einzelnen Norm berücksichtigt werden (siehe Beschreibung der Einflussfaktoren in Anhang A).

Prüfverfahren zur Charakterisierung des Verhaltens von Materialien können in der Regel in drei Kategorien unterteilt werden, die in ISO 18772 [2] und EN 12920 [3] behandelt werden. Die Zusammenhänge zwischen diesen Prüfverfahren sind nachstehend zusammengefasst.

a) Untersuchungen zur „grundlegenden Charakterisierung“ werden durchgeführt, um Angaben über das kurzfristige und langfristige Elutionsverhalten und zu den charakteristischen Eigenschaften von Materialien zu erhalten. Diese festgelegten Prüfungen berücksichtigen Flüssigkeits-Feststoffverhältnisse (L/S), Zusammensetzung des Elutionsmittels, Faktoren, die die Auslaugbarkeit bestimmen, wie z. B. pH-Wert, Redoxpotential, Komplexbildungsvermögen, Rolle des gelösten organischen Kohlenstoffs (en: dissolved organic carbon, DOC), Alterung des Materials und physikalische Parameter.

b) „Übereinstimmungsuntersuchungen“ werden durchgeführt, um festzustellen, ob das Material einem spezifischen Verhalten oder spezifischen Bezugswerten entspricht. Die Prüfverfahren konzentrieren sich auf die Schlüsselvariablen und das Elutionsverhalten, die zuvor in den Prüfungen zur grundlegenden Charakterisierung festgestellt wurden.

c) „Vor-Ort-Untersuchungen“ werden als schnelle Überprüfung angewendet, um zu bestätigen, dass das Material mit dem identisch ist, das der (den) Übereinstimmungsuntersuchung(en) unterzogen wurde. Bei Verifizierungsprüfungen vor Ort handelt es sich nicht notwendigerweise um Elutionstests.

Das in dieser Norm festgelegte Prüfverfahren gehört zur Kategorie a): Grundlegende Charakterisierungsprüfungen.

Dieses Dokument wurde ursprünglich auf der Grundlage von CEN/TS 14405:2004 [4] erstellt. Insbesondere wurden Änderungen hinsichtlich der Anforderungen an anschließende ökotoxikologische Prüfungen und Analysen organischer Substanzen hinzugefügt. Die Validierungsergebnisse wurden aus DIN 19528 [5] und aus japanischen Validierungsstudien [15] [16] übernommen.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: DIN EN ISO 21268-3:2020-09

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt eine Prüfung fest, deren Ziel die Bestimmung des Elutionsverhaltens von anorganischen und organischen Substanzen aus Boden und bodenähnlichen Materialien ist. Bei dem Verfahren handelt es sich um eine Perkolationsprüfung mit einmaligem Durchlaufen im Aufwärtsstrom unter standardisierten Bedingungen der Fließgeschwindigkeit. Das Material wird unter hydraulisch dynamischen Bedingungen ausgelaugt. Dieses Dokument wurde erstellt, um die Freisetzung anorganischer und organischer Bestandteile aus Boden und bodenähnlichem Material zu untersuchen und um Eluate für nachfolgende ökotoxikologische Untersuchungen herzustellen. Hinsichtlich der ökotoxikologischen Untersuchungen siehe ISO 15799 [6] und ISO 17616 [7]. Die Prüfergebnisse ermöglichen die Unterscheidung zwischen verschiedenen Freisetzungsmustern, wie z. B. Auswaschung und Freisetzung unter Einfluss einer Wechselwirkung mit der Matrix, wenn das lokale Gleichgewicht zwischen Material und Elutionsmittel annähernd erreicht ist.

Durch das vorliegende Prüfverfahren werden Eluate hergestellt, die anschließend mit physikalischen, chemischen und ökotoxikologischen Verfahren nach bestehenden Standardverfahren charakterisiert werden können. Die Ergebnisse der Eluatanalyse werden als Funktion des Flüssigkeits-/Feststoffverhältnisses (L/S) dargestellt. Die Prüfung ist nicht geeignet für Substanzen, die unter Umgebungsbedingungen flüchtig sind.

ANMERKUNG 1 Zu den flüchtigen organischen Substanzen gehören niedermolekulare Substanzen in Gemischen wie z. B. Mineralöl.

ANMERKUNG 2 Es ist nicht immer möglich, die Prüfbedingungen gleichzeitig für anorganische und organische Substanzen zu optimieren, und die optimalen Prüfbedingungen können sich auch für unterschiedliche Gruppen von organischen Substanzen unterscheiden. Die Prüfanforderungen für organische Substanzen sind im Allgemeinen strenger als für anorganische Substanzen. Die Prüfbedingungen, die für die Messung der Freisetzung von organischen Substanzen geeignet sind, sind im Allgemeinen auch auf anorganische Substanzen anwendbar.

ANMERKUNG 3 Innerhalb der Kategorie organischer Substanzen besteht ein deutlicher Verhaltensunterschied zwischen den eher polaren, relativ wasserlöslichen Verbindungen und den nichtpolaren, hydrophoben organischen Substanzen (en: hydrophobic organic substances, HOCs). Im letzteren Fall können die Freisetzungsmechanismen (z. B. teilchengebundene oder gelöste organische Kohlenstoffverbindungen) sowie die Sorptionsverluste löslicher HOCs bei unterschiedlichen Materialien, mit denen sie in Kontakt kommen (z. B. Flaschen, Filter), von entscheidenderer Bedeutung sein. Die Prüfung und die Ergebnisse sollten nur unter sorgfältiger Berücksichtigung der spezifischen Eigenschaften der zu betrachtenden Substanzen und damit verbundenen möglichen Probleme zur Elution organischer Substanzen angewendet werden.

ANMERKUNG 4 Für ökotoxikologische Untersuchungen sind Eluate erforderlich, die die Freisetzung sowohl von anorganischen als auch von organischen Substanzen widerspiegeln. Im vorliegenden Dokument umfasst die ökotoxikologische Untersuchung auch die genotoxikologische Untersuchung.

ANMERKUNG 5 Die Prüfung ist grundsätzlich nicht für Böden mit einer hydraulischen Leitfähigkeit von weniger als 10^{-8} m/s geeignet (siehe auch Anhang B). Es kann schwierig sein, die bereits im Bereich der gesättigten, hydraulischen Leitfähigkeit zwischen 10^{-7} m/s und 10^{-8} m/s liegende Bemessungsdurchflussrate aufrechtzuerhalten.

Die Anwendung dieses Prüfverfahrens ist allein nicht ausreichend, um das Elutionsverhalten eines Materials unter festgelegten Bedingungen, die sich von denen in diesem Prüfverfahren unterscheiden, zu bestimmen, da das im Allgemeinen die Anwendung mehrerer Prüfverfahren, die Aufstellung von Verhaltensmodellen und deren Validierung erfordert. Dieses Dokument befasst sich nicht mit gesundheitlichen und sicherheitstechnischen Belangen. Es dient nur der Bestimmung der in Abschnitt 4 dargestellten Elutionseigenschaften.

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).

AVA Documents
Document Sharing Hub
Full document details: DIN EN ISO 21268-3:2020-09

ISO 3696, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*

ISO 5667-3:2018, *Water quality — Sampling — Part 3: Preservation and handling of water samples*

ISO 5725-1:1994, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part : General principles and definitions*

ISO 5725-2:1994, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method*

ISO 7027-1, *Water quality — Determination of turbidity — Part 1: Quantitative methods*

ISO 10523, *Water quality — Determination of pH*

ISO 11465, *Soil quality — Determination of dry matter and water content on a mass basis — Gravimetric method*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

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

— ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter http://www.iso.org/obp

— IEC Electropedia: verfügbar unter http://www.electropedia.org/

3.1
Elutionstest
Prüfung, bei der ein Material unter genau festgelegten Bedingungen in Kontakt mit einem *Elutionsmittel* (3.2) gebracht wird und einige Substanzen des Materials extrahiert werden

3.2
Elutionsmittel (Eluent)
Flüssigkeit, die in einem *Elutionstest* (3.1) verwendet wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Für die Anwendung dieses Dokuments wird das Elutionsmittel in 5.1 festgelegt.

3.3
Eluat
Lösung, die durch einen *Elutionstest* (3.1) erhalten wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Das Eluat wird auch als Elutionsprodukt bezeichnet.

3.4
Flüssigkeits-/Feststoffverhältnis
L/S
Verhältnis zwischen dem Gesamtvolumen der bei dieser Extraktion mit der Bodenprobe in Berührung kommenden Flüssigkeit (L in Liter) und der Trockenmasse der Probe (S in kg Trockenmasse)

Anmerkung 1 zum Begriff: L/S wird in l/kg angegeben.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: DIN EN ISO 21268-3:2020-09

3.5
Trockenmassegehalt
w_{dm}
in Prozent angegebenes Verhältnis zwischen der nach ISO 11465 bestimmten Masse des Trockenrückstands und der entsprechenden Rohmasse

3.6
Laborprobe
Probe oder Teilprobe(n), die dem Labor zugesandt oder von diesem erhalten wird

3.7
Prüfprobe
aus der *Laborprobe* (3.6) hergestellte Probe, aus der die *Messproben* (3.8) zur Prüfung oder Analyse entnommen werden

3.8
Messprobe
Menge eines Materials in angemessener Größe zur Messung der Konzentration oder anderer interessierender Eigenschaften, die der *Prüfprobe* (3.7) entnommen wurde

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Messprobe kann der Laboratoriumsprobe direkt entnommen werden, falls keine Vorbehandlung der Probe erforderlich ist, üblicherweise erfolgt die Entnahme jedoch aus der Prüfprobe.

Anmerkung 2 zum Begriff: Eine Einheit oder Einzelprobe von geeigneter Homogenität, Größe und Feinheit, die keiner weiteren Vorbereitung bedarf, kann eine Messprobe sein.

3.9
bodenähnliches Material
Bodenaushub, Baggergut, bearbeitete Böden, behandelte Böden und Auffüllungsböden

4 Kurzbeschreibung

In diesem Dokument wird ein Verfahren beschrieben für die Bestimmung der Freisetzung von Substanzen aus Böden oder bodenähnlichen Materialien, die in eine Säule gepackt sind und von einem Elutionsmittel durchströmt werden. Es wird ein kontinuierlicher vertikaler Aufwärtsstrom verwendet, wodurch ein Säulentest unter Bedingungen möglich ist, bei denen eine Sättigung mit Wasser vorliegt. Die Prüfbedingungen einschließlich der Durchflussrate des Elutionsmittels werden so gewählt, dass schnell auswaschbare Substanzen und Substanzen, die unter dem Einfluss der Wechselwirkung mit der Matrix freigesetzt werden, von den Ergebnissen abgeleitet werden können. Es wird beabsichtigt und angenommen, dass die Bedingungen sich während der Prüfung dem lokalen Gleichgewicht zwischen dem Material und dem Elutionsmittel annähern.

Die Messprobe, die ursprünglich oder nach geeigneter Vorbehandlung eine Korngröße kleiner oder gleich 2 mm aufweist, wird unter festgelegten Bedingungen mit Wasser mit einer geringen Konzentration (0,001 mol/l) Calciumchlorid oder vollentsalztes Wasser (5.1) in Kontakt gebracht. Das Elutionsmittel durchströmt die Säule im Aufwärtsstrom mit einer festgelegten Fließgeschwindigkeit und bis zu einem festgelegten L/S-Verhältnis. Die verschiedenen Eluat-Fraktionen werden getrennt gesammelt. Dieses Standardverfahren beruht auf der Annahme, dass ein Gleichgewicht oder ein annäherndes Gleichgewicht zwischen der flüssigen und festen Phase während der Dauer der Prüfung erreicht wird. Die Eigenschaften des Eluats werden mithilfe von für die Wasseranalyse entwickelten Verfahren gemessen, die so angepasst wurden, dass sie die Kriterien für Eluatanalysen erfüllen, und es ist möglich, das Eluat einer anschließenden ökotoxikologischen Untersuchung zu unterziehen.

Nach Beendigung der Prüfung müssen die vom Material beeinflussten Elutionsbedingungen wie pH-Wert, elektrische Leitfähigkeit oder optional die Trübung, der gelöste organische Kohlenstoff (DOC) oder das Redoxpotential aufgezeichnet werden.

AVA Documents
Document Sharing Hub
Full document details: DIN EN ISO 21268-3:2020-09

ANMERKUNG 1 Diese Parameter steuern oft das Elutionsverhalten von Bodenmaterialien und sind daher bei der Auswertung der Prüfergebnisse von Bedeutung. DOC ist in Böden und bodenähnlichen Materialien für viele anorganische und organische Substanzen von entscheidender Bedeutung.

ANMERKUNG 2 Das Elutionsmittel ist 0,001 mol/l $CaCl_2$, um die Mobilisierung von DOC, die durch eine zu geringe Ionenstärke des Elutionsmittels hervorgerufen wird, auf ein Mindestmaß zu verringern.

Die Eigenschaften des Eluats werden mit Hilfe von Verfahren gemessen, die für die Wasseranalyse entwickelt und so angepasst wurden, dass sie die Kriterien für Eluatanalysen erfüllen und/oder dass das Eluat einer anschließenden ökotoxikologischen Untersuchung unterzogen werden kann.

Die Prüfergebnisse werden als Funktion des L/S-Verhältnisses angegeben und zwar sowohl in Bezug auf die Konzentration (mg der je Liter des Eluats freigesetzten Substanzen) als auch die Freisetzung [mg der kumulativ je kg Material (Trockenmasse) freigesetzten Substanzen] der Substanzen.

Das in diesem Dokument beschriebene Verfahren beruht auf strengeren Prüfanforderungen an die Bestimmung der Freisetzung organischer Substanzen und/oder die anschließende ökotoxikologische Untersuchung. Wenn nur die Freisetzung anorganischer Substanzen zu messen ist, dürfen Vereinfachungen in einigen Schritten des Verfahrens angenommen werden.

5 Reagenzien und Materialien

5.1 Vollentsalztes Wasser oder **deionisiertes Wasser** oder **Wasser von gleichwertiger Reinheit** ($5 < pH < 7{,}5$) mit einer Leitfähigkeit $< 0{,}5$ mS/m in Übereinstimmung mit dem in ISO 3696 festgelegten Grad 3, aufgestockt auf **0,001 mol/l $CaCl_2$**.

5.2 Calciumchlorid ($CaCl_2 \cdot 2\ H_2O$), analysenrein.

5.3 Natriumazid (NaN_3), analysenrein.

5.4 Salpetersäure (HNO_3), analysenrein, aufgestockt auf 0,1 mol/l Spüllösung.

5.5 Organisches Lösemittel (Aceton, analysenrein) zum Spülen und Reinigen.

6 Prüfeinrichtung

6.1 Säule aus Glas mit einem Innendurchmesser von 5 cm bis 10 cm und einer Füllhöhe von etwa (30 ± 5) cm, mit Filtern (6.3) im unteren und oberen Abschnitt aus geeigneten Materialien, die minimale Wechselwirkungen mit den interessierenden Substanzen sicherstellen. Im unteren und oberen Abschnitt der Säule ist eine Filterplatte eingesetzt oder eine dünne Schicht eines feinkörnigen, inerten Materials eingebracht (z. B. feiner Quarzsand), um den ordnungsgemäßen Wasserdurchfluss über den gesamten Säulenquerschnitt sicherzustellen und als Stütze für das Vorfilter.

ANMERKUNG 1 Bild 1 zeigt eine Zeichnung der Säule und der dazugehörigen Vorrichtungen.

ANMERKUNG 2 Glas von hoher Qualität wird sowohl für Metalle als auch für organische Substanzen als geeignet angesehen, besonders weil der pH-Bereich bei Bodenuntersuchungen üblicherweise Bedingungen, unter denen Glas selbst angegriffen wird ($pH > 10$ und $pH < 3$), nicht einschließt. Für ökotoxikologische Untersuchungen werden sowohl Eluate von Metallen als auch von organischen Substanzen benötigt, was die Notwendigkeit der Herstellung integrierter Eluate unterstreicht.

ANMERKUNG 3 Wenn nur organische Substanzen analysiert werden, können eine Säule und Anschlussstücke aus Edelstahl unter Berücksichtigung eines bestimmten im Voraus zu prüfenden Sorptionsgrads erwogen werden [9]. Wenn nur anorganische Substanzen analysiert werden, kann eine Säule aus Kunststoff verwendet werden.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: DIN EN ISO 21268-3:2020-09

ANMERKUNG 4 Wenn Quarzsand als Filter verwendet wird, muss durch Prüfung sichergestellt werden, dass dieser frei von auswaschbaren Substanzen und Blindwerten ist. Bei Bedarf kann der Sand mit vollentsalztem Wasser gewaschen werden, um Feinstoffe zu entfernen. Anschließend wird der Sand vorsichtig bei Temperaturen von nicht mehr als 25 °C getrocknet, um das Sorptionsvermögen auf der Oberfläche der Quarzkörner nicht zu erhöhen. Der Quarzsand kann im Fall von Blindwerten der untersuchten organischen Substanzen zuvor mit Aceton behandelt werden.

ANMERKUNG 5 Damit organische Verbindungen nicht durch Lichteinwirkung zersetzt werden, sind ein dunkler Raum, Glasgeräte mit dunkler Farbe oder eine Lage Aluminiumfolie, die um die Elutionsausrüstung gelegt wird, zu verwenden.

6.2 Filter für die Filtration der Eluate; sie dürfen keine interessierenden Verbindungen adsorbieren. Das muss in Vorversuchen geprüft werden.

Die Filter müssen so ausgewählt werden, dass sie keine interessierenden Substanzen adsorbieren (oder freisetzen).

ANMERKUNG Das kann in Vorversuchen geprüft werden.

6.3 Vorfilter für die Säule mit einer Porengröße von 1 µm bis 20 µm.

Die Filter müssen so ausgewählt werden, dass sie keine interessierenden Substanzen adsorbieren (oder freisetzen).

ANMERKUNG Das kann in Vorversuchen geprüft werden.

6.4 Pumpe mit einer einstellbaren Kapazität zwischen 0 ml/h und 60 ml/h (z. B. Peristaltikpumpe).

6.5 Analysenwaage mit einer Fehlergrenze von höchstens 0,1 g.

6.6 pH-Wert-Messgerät nach ISO 10523 mit einer Fehlergrenze von höchstens ±0,05 pH-Einheiten.

6.7 Gerät zur Messung der elektrischen Leitfähigkeit mit einer Fehlergrenze von höchstens 0,1 mS/m.

6.8 Schlauchmaterial angepasst an die durchzuführende Analyse (siehe ISO 5667-3:2018, Tabelle A.1).

ANMERKUNG Wenn organische und anorganische Substanzen analysiert werden, kann Perfluoro-Ethylen-Propylen (FEP) verwendet werden. Wenn nur anorganische Substanzen analysiert werden, kann PTFE oder ein gleichartiges Schlauchmaterial verwendet werden.

6.9 Glasflaschen von hoher Qualität mit einem geeigneten Volumen und einem Schraubverschluss mit PTFE-Einlage für das Sammeln von Eluaten und die Konservierung von Eluatproben (in Übereinstimmung mit ISO 5667-3).

ANMERKUNG Wenn nur anorganische Substanzen analysiert werden, können alternative Materialien für die Flaschen [z. B. hochdichtes Polyethylen (HDPE) oder PTFE] verwendet werden.

6.10 Zerkleinerungsvorrichtung: Backenbrecher oder Schneidvorrichtung.

6.11 Siebvorrichtung mit Sieben mit einer Maschennennweite von 2 mm oder 4 mm.

6.12 Probenteiler für die Entnahme von Teilproben aus den Laborproben (optional).

6.13 Gerät zur Messung des Redoxpotentials (optional).

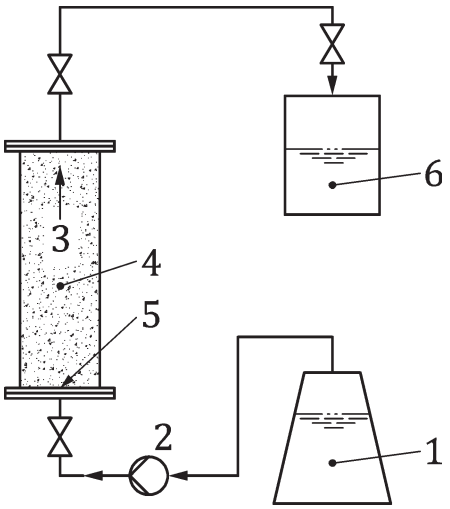
6.14 Gerät zur Trübungsmessung wie in ISO 7027-1 festgelegt.

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: DIN EN ISO 21268-3:2020-09

6.15 Zentrifuge, gekühlt, für den Betrieb mit 20 000 *g* bis 30 000 *g* mit Zentrifugenröhrchen aus geeignetem Material, das gegen anorganische und organische Gemische inert und für die Hochgeschwindigkeitszentrifugation geeignet ist (z. B. Perfluoroalkoxyalkan (PFA), Edelstahl [8]).

Wenn keine Hochgeschwindigkeitszentrifuge (Ultrazentrifuge) zur Verfügung steht, darf alternativ in Kombination mit einer verlängerten Zentrifugationsdauer eine Zentrifuge eingesetzt werden, die bei 2 000 *g* bis 2 500 *g* betrieben wird und bei der Glasflaschen verwendet werden. Eine Anleitung zur Berechnung der rotorspezifischen Zentrifugationsdauer ist in Anhang C enthalten, um einen vergleichbaren Abscheidegrad bei verschiedenen Rotordrehzahlen sicherzustellen. Um die gewünschte Temperatur aufrechtzuerhalten, muss gekühlt werden.

6.16 Fallgewicht zur Unterstützung beim Packen der Säule entsprechend der Festlegung in 8.4.



Legende

1 Eluent-Vorratsgefäß
2 Pumpe
3 Säule
4 Probenmaterial
5 Vorfilter oder Filterschicht
6 Eluatsammelflasche

Bild 1 — Schematische Darstellung der Perkolationsprüfung im Aufwärtsstrom

7 Probenvorbehandlung

7.1 Vorbereitung der Laborprobe und Angabe der Korngröße

Eine repräsentative Laborprobe von mindestens 2 kg (Trockenmasse) wird beschafft (z. B. wie in ISO 18400-101, ISO 18400-104, ISO 18400-105, ISO 18400-202 [10-13] und ISO 23909 [14] beschrieben) und muss in geschlossenen Verpackungen bei niedrigen Temperaturen (4 °C) gelagert werden, um unerwünschte Veränderungen des Materials zu vermeiden (siehe z. B. ISO 18400-105 [12]).

Die Prüfung ist mit auf < 2 mm gesiebtem Boden oder bodenähnlichem Material durchzuführen (z. B. wie in ISO 11464 [9] beschrieben). Überkorn natürlicher Herkunft in der Probe ist abzutrennen und zu verwerfen. Die Art und Menge allen entsorgten Materials muss dokumentiert werden. Wenn Überkorn anthropogenen Ursprungs vorhanden ist und vermutlich interessierende Substanzen enthält, kann dieser Teil einer alternativen Probenvorbereitung oder Untersuchung unterzogen werden.

Wenn die Laborprobe aufgrund ihres Wassergehalts nicht homogenisiert oder gesiebt werden kann, ist es nur in diesem Fall zulässig, die Laborprobe zu trocknen (z. B. wie in ISO 11464 [9] beschrieben). Die Trocknungstemperatur darf 30 °C nicht überschreiten.

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: DIN EN ISO 21268-3:2020-09