

DIN 19528



ICS 13.060.50

Einsprüche bis 2023-04-17
Vorgesehen als Ersatz für
DIN 19528:2009-01

Entwurf

Elution von Feststoffen – Perkolationsverfahren 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

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2023-02-17 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an naw@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW), 10772 Berlin oder Am DIN-Platz, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 43 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 Vorbereitung der Eluate für die Analyse organischer Parameter	13
9.5.2 Vorbereitung der Eluate für die Analyse anorganischer Parameter	13
10 Blindwertkontrolle	13
11 Prüfbericht	14
Anhang A (informativ) Verfahrenskennndaten	15
Anhang B (informativ) Schematische Darstellung des Säulenversuchs mit den dazugehörigen Geräten und Versuchskomponenten	34
Anhang C (informativ) Beispiele zur Versuchsplanung	35
Anhang D (informativ) Anhaltswerte für Korndichten ausgewählter Feststoffe	37
Anhang E (informativ) Einbauverfahren in der Säule	38
Anhang F (informativ) Untersuchung schwer perkolierbarer Stoffe mit Sandzumischung	40
F.1 Einleitung	40
F.2 Probenvorbehandlung und -vorbereitung der Mischung aus Untersuchungsprobe und Quarzsand	40
F.3 Perkolation	40
Anhang G (informativ) Geeignete Materialien	42
Literaturhinweise	43

Bilder

Bild B.1 — Beispiel für einen Versuchsaufbau	34
---	-----------

Tabellen

Tabelle 1 — Zusammenhang zwischen Korngröße und Mindestprobenmenge bei Sandzumischung bezogen auf die Prüfprobe	9
Tabelle 2 — W/F-Verhältnisse für die grundlegende Charakterisierung	11
Tabelle 3 — W/F-Verhältnis für die Übereinstimmungsuntersuchung	12
Tabelle A.1 — Verfahrenskennndaten VRVRMBO — Anorganische Parameter	16
Tabelle A.2 — Verfahrenskennndaten VRVRMBO — PAK	18
Tabelle A.3 — Verfahrenskennndaten VRVRMBS — Sulfat	20
Tabelle A.4 — Verfahrenskennndaten VRVRMBS — Elemente	21
Tabelle A.5 — Verfahrenskennndaten VRVRMBS — PAK	22
Tabelle A.6 — Verfahrenskennndaten VRVRMMVA — Salze	24
Tabelle A.7 — Verfahrenskennndaten VRVRMMVA — Elemente	25
Tabelle A.8 — Verfahrenskennndaten VRVRMSWS — Fluorid	27
Tabelle A.9 — Verfahrenskennndaten VRVRMSWS — Elemente	28
Tabelle A.10 — Verfahrenskennndaten PAH [$\mu\text{g/l}$]	29
Tabelle A.11 — Verfahrenskennndaten DIN 19528 PCB [$\mu\text{g/l}$]	31
Tabelle A.12 — Verfahrenskennndaten MKW [$\mu\text{g/l}$]	32
Tabelle A.13 — Verfahrenskennndaten Phenole [$\mu\text{g/l}$]	32
Tabelle C.1 — Beispiel Säulenversuch, Innendurchmesser Säule 10 cm, Füllhöhe 40 cm, Anströmschicht 1,5 cm (188 g), Abströmschicht 1 cm (125 g), Aufsättigungszeit 5 h eingesetzte Trockenmasse der Probe etwa 5340 g bei einer Porosität von 35 % und einer Korndichte von $2,6 \text{ g/cm}^3$	35
Tabelle C.2 — Beispiel Säulenversuch, Innendurchmesser Säule 5,86 cm, Füllhöhe 25 cm, Anströmschicht 1,5 cm (64 g), Abströmschicht 1 cm (43 g), Aufsättigungszeit 5 h eingesetzte Trockenmasse der Probe etwa 1146 g bei einer Porosität von 35 % und einer Korndichte von $2,6 \text{ g/cm}^3$	35
Tabelle C.3 — Beispiel Säulenversuch mit 50 % Quarzsandzumischung, Innendurchmesser Säule 5,00 cm, Füllhöhe 30 cm, Anströmschicht 1,5 cm (47 g), Abströmschicht 1 cm (31 g), Aufsättigungszeit 5 h eingesetzte Trockenmasse der Untersuchungsprobe etwa 500 g und 500 g Quarzsand bei einer Porosität von 37 % und einer Korndichte von $2,7 \text{ g/cm}^3$ (Quarzsand)	36
Tabelle D.1 — Beispielhafte Korndichten für ausgewählte Feststoffe angegeben in	37
Tabelle F.1 — Zugelassene Mischungsverhältnisse	41

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.

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;
- d) Verlängerung der Kontaktzeit für die Aufsättigung und Perkolation auf 5 h bis 7,5 h;
- e) Überarbeitung des Flüssig-Fest-Trennschrittes;
- f) Überarbeitung des Anteils der Sandzumischung von 80 % auf 50 % bis 80 %;
- g) Fließgeschwindigkeit für Aufsättigung und Perkolation gleichgesetzt;
- h) Verwendung von Calciumchloridlösung (0,001 mol/l) als Elutionsmittel für Bodenmaterial und Baggergut;
- i) Literaturhinweise aktualisiert;
- j) Präzisierung der Blindwertkontrolle;
- k) Norm redaktionell überarbeitet.

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 W/F-Verhältnisse und erfassen Faktoren, welche die Elution von Stoffen beeinflussen, z. B. pH-Wert, elektrische Leitfähigkeit, gelöster organischer Kohlenstoff (DOC) 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 dieser Norm 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 dieser Norm.

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 bei unterschiedlichen Wasser/Feststoff-Verhältnissen fest. Perkolationsuntersuchungen dienen u. a. zur grundlegenden Charakterisierung oder zur Übereinstimmungsuntersuchungen von Feststoffen.

Das Anwendungsspektrum dieser Norm unterliegt einer dynamischen Entwicklung und gilt nach vorliegendem Stand für die im Anhang validierten Parameter (Elemente/Verbindungen). Das Verfahren ist für leichtflüchtige oder biologisch sehr leicht abbaubare Stoffe nicht bzw. nur bedingt geeignet. Materialien mit einem Wassergehalt von über 65 % sind nicht Gegenstand dieser Norm.

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 Verfahrenskennndaten validierter Parameter siehe Anhang A.

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 <http://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 geströmtes 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

mittlere 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 ($\text{CaCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$), analysenrein.

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

5.4 organische Lösemittel, z. B. Aceton (zur Analyse) zur Reinigung.

5.5 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 ist sicherzustellen, dass durch die verwendeten Geräte und Materialien weder Blindwerte erzeugt werden, noch Verluste, z. B. durch Sorption, auftreten. Der informative Anhang B 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 Materialien (siehe Anhang G), Innendurchmesser mindestens 5 cm.

Dabei ist zu beachten, 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 sind zur Minderung des biologischen und des photochemischen Abbaus die befüllten Säulen vor Lichteinstrahlung zu schützen (z. B. Verwendung von Braunglas oder Einwickeln in Alufolie).

6.2.2 An- und Abströmschicht, z. B. ein Quarzsandbett (5.4) oder geeignete Filterscheiben (z. B. Glasfritten), um ein gleichmäßiges An- und Abströmen des Eluenten über den gesamten Querschnitt der Säule sicherzustellen (siehe Bild B.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 ist zu vermeiden (z. B. durch Entlüftungskanäle, siehe Bild B.1).

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

ANMERKUNG Werden ausschließlich organische Verbindungen (z. B. PAK) untersucht, kann ein geeignetes Lösemittel in den Sammelflaschen vorgelegt werden, um u. a. Bioabbau und Verflüchtigung zu vermindern. Dabei ist zu berücksichtigen, dass partikelgetragene Stoffanteile mit extrahiert werden.

6.7 Kühlzentrifuge, mindestens 2 000 g. Geeignete Zentrifugenbehälter, z. B. aus PFA, Edelstahl (siehe Anhang G).

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

6.9 Siebgeräte mit Sieben von 2 mm, 4 mm, 10 mm, 16 mm und 22,4 mm nominaler Siebweite.

7 Probenvorbehandlung und -vorbereitung

Grundsätzlich ist die Laborprobe unverändert im Original zu untersuchen. 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 Materialien aus Quellen mit reduzierendem Milieu oder bei organischen Bestandteilen, zu verändertem Elutionsverhalten führen.

Bei Materialien mit einem Größtkorn über 22,4 mm ist die Siebfraction > 22,4 mm zu brechen, anschließend daraus die Körnung 16/22,4 mm abzutrennen (6.9) und dem Gemisch 0/22,4 mm in dem Mengenanteil zuzufügen, in dem der Anteil > 22,4 mm in der Ausgangskörnung vorlag.

Bei stofflich homogenen Feststoffen mit einem Größtkorn > 22,4 mm kann der Anteil > 22,4 mm abgesiebt und das Überkorn mengenmäßig erfasst und beschreiben 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, wird empfohlen, nach der Zerkleinerung des Überkorns, die daraus gewonnene Fraktion 0/22,4 mm vollständig (inklusive der Fraktion < 16 mm) dem ursprünglichen Siebdurchgang 0/22,4 mm zuzufügen, 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 (siehe 5.5) vermischt, eingebaut und perkoliert werden entsprechend informativem Anhang E.

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

ANMERKUNG Bei Versuchen mit Sandzumischungen gilt die Mindestprobenmenge für das zerkleinerte Ausgangsmaterial. Wird für analytische Zwecke ein größeres Eluatvolumen benötigt, ist entsprechend mehr Probenmenge einzusetzen. Eine Aufteilung der Untersuchungsprobe auf mehrere Säulen darf erfolgen. Die erhaltenen Eluate sind unmittelbar nach der Elution zu vereinigen

8 Bestimmung des Wassergehalts

Der Wassergehalt der zur Perkolation eingesetzten Prüfprobe (gegebenenfalls auch lufttrocknen) ist an einer Teilmenge durch Trocknung bei $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ 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 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 ist bei einer Temperatur von 19°C bis 25°C durchzuführen.

9.2 Packen der Säule

Die Prüfprobe ist so in die Säule zu packen, dass folgende Randbedingungen eingehalten werden (siehe auch Anhang E):

- 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 sind Kornentmischungen und Hohlräume zu vermeiden (ggf. leicht verdichten);
- An- und Abströmschicht (Anströmschicht mindestens 1,5 cm; Abströmschicht, nur sofern erforderlich und höchstens 1 cm).

Die Masse der eingebauten Prüfprobe ist auf 1 g genau mittels Waage (6.3) zu bestimmen.

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 demineralisiertes Wasser nach 5.1.

Ausschließlich für Bodenmaterialien (BM) und Baggergut (BG) mit weniger als 10 Volumen % an mineralischen Fremdbestandteilen wird eine 0,001 M CaCl₂ Lösung verwendet, die hergestellt wird, indem 0,147 g CaCl₂ 2 H₂O (5.2) in Wasser (5.1) gelöst und auf 1 000 ml aufgefüllt werden.

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

9.3.2 Aufsättigung

Die Prüfprobe in der Säule ist im Aufwärtsstrom von unten nach oben mit dem Elutionsmittel zu sättigen. Der Durchfluss, q , für die Sättigung ist nach Gleichung (2) zu berechnen, 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 (siehe Anmerkung) 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 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

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):

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

ANMERKUNG 2 Der Sättigungsfortschritt ist zu kontrollieren und der Durchfluss ggf. nachzujustieren, um die geforderte Mindestsättigungsdauer sicherzustellen.

ANMERKUNG 3 Eine schiefe Benetzungsfront deutet auf eine ungleichmäßige Säulenpackung hin, gegebenenfalls sollte die Säule neu gepackt werden.

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, ist dieser so anzupassen, dass die Abweichung vom ursprünglich eingestellten Durchfluss höchstens 10 % beträgt.

9.4 Entnahme von Eluatfraktionen

9.4.1 Allgemeines

Die Sammelflasche (6.6) ist zu wechseln, wenn die vorgesehenen W/F-Verhältnisse 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 Perkulations-Kontaktzeit (ohne Aufsättigungszeit) über die Entnahmephase dieser Fraktion sind zu berechnen. Der Durchfluss ist gegebenenfalls nachzujustieren (siehe 9.3.2).

ANMERKUNG Falls für die Bewertung der späteren Untersuchungsergebnisse maßgeblich, sollten die elektrische Leitfähigkeit, die Temperatur, der pH-Wert und der DOC unverzüglich gemessen werden. Die DOC-Messung kann nach DIN EN 1484 erfolgen.

9.4.2 Grundlegende Charakterisierung (ausführlicher Säulenversuch)

Für die grundlegende Charakterisierung (ausführlicher Säulenversuch siehe Einleitung) ist nach allen in Tabelle 2 enthaltenen W/F-Verhältnissen zu beproben und zu analysieren.

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 C).

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) ist 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 aufzufangen (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 Untersuchungsmaterials 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 Untersuchungsmaterials 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

Das Eluat bzw. die jeweilige Eluatfraktion ist für die unterschiedlichen chemischen Analysen in eine geeignete Anzahl von Teilproben zu teilen und diese sind nach den Anforderungen der spezifischen Analysenverfahren oder, wenn solche keine entsprechenden Anforderungen enthalten, nach DIN EN ISO 5667-3 zu konservieren.

9.5.1 Vorbereitung der Eluate für die Analyse organischer Parameter

Für die Bestimmung von organischen Stoffen ist ein Aliquot der jeweiligen Eluatfraktion ohne weitere Separations- und Filtrationsschritte zu analysieren. Nur für den Fall trüber Eluate ist die Trübung durch Zentrifugation (6.7) mittels Kühlzentrifuge bei 20 °C bis FNU < 100 FNU zu reduzieren. Eine Filtration ist unzulässig.

ANMERKUNG Trübungen > 100 FNU können bei der Elution von Bodenmaterial und Baggergut auftreten. Das wird i.d.R. durch die Verwendung einer Calciumchloridlösung (9.3.1) als Elutionsmittel vermieden.

9.5.2 Vorbereitung der Eluate für die Analyse anorganischer Parameter

Für die Bestimmung von anorganischen Stoffen ist ein Aliquot der jeweiligen Eluatfraktion über ein 0,45 µm-Membranfilter (6.8) zu filtrieren.

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. Die ersten 1 ml bis 3 ml vom Filtrat müssen verworfen werden. Zur Einhaltung des vorgegebenen Verhältnisses von Filtrationsvolumen zur Filteroberfläche ist mit einem entsprechenden Aliquot weiterzuarbeiten. Je nach der für die Analytik benötigten Eluatmenge sind ggf. mehrere Aliquote unter Einsatz jeweils neuer Filter zu filtrieren. Auf diese Weise gewonnene Filtrate der gleichen Elution werden vereinigt.

10 Blindwertkontrolle

Um die Durchführung des gesamten Verfahrens so weit wie möglich zu prüfen, sind regelmäßig Blindproben durchzuführen. Hierzu ist die Säule mit allem im Versuch verwendeten Komponenten, einschließlich An- und Abströmschichten und ggf. zugemischter Quarzsand, außer der Prüfprobe mit Elutionsmittel zu füllen. 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 × pro Jahr für alle Parameter, für die, die Norm validiert ist, sofern das Labor diese Parameter in der Routine bestimmt.