

DIN EN ISO 21268-1

ICS 13.080.05

Entwurf

Einsprüche bis 2018-04-16
 Vorgesehen als Ersatz für
 DIN SPEC 1128
 (DIN ISO/TS 21268-1):2010-02

**Bodenbeschaffenheit –
 Elutionsverfahren für die anschließende chemische und ökotoxikologische
 Untersuchung von Boden und von Bodenmaterialien –
 Teil 1: Schüttelverfahren mit einem Flüssigkeits-/Feststoffverhältnis von
 2 l/kg Trockenmasse (ISO/DIS 21268-1:2018);
 Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 21268-1:2018**

Soil quality –

Leaching procedures for subsequent chemical and ecotoxicological testing of soil and soil materials –

Part 1: Batch test using a liquid to solid ratio of 2 l/kg dry matter (ISO/DIS 21268-1:2018);
 German and English version prEN ISO 21268-1:2018

Qualité du sol –

Modes opératoires de lixiviation en vue d'essais chimiques et écotoxicologiques ultérieurs des sols et matériaux du sol –

Partie 1: Essai en bâchée avec un rapport liquide/solide de 2 l/kg de matière sèche
 (ISO/DIS 21268-1:2018);

Version allemande et anglaise prEN ISO 21268-1:2018

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2018-02-16 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, 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 67 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 21268-1:2018) 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).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

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	siehe	DIN EN ISO 5667-3
ISO 5725-1	siehe	DIN ISO 5725-1
ISO 5725-2	siehe	DIN ISO 5725-2
ISO 7027	siehe	DIN EN ISO 7027
ISO 10523	siehe	DIN EN ISO 10523
ISO 11277	siehe	DIN ISO 11277
ISO 15799	siehe	DIN ISO 15799
ISO 18512	siehe	DIN ISO 18512
ISO 18772	siehe	DIN EN ISO 18772

Änderungen

Gegenüber DIN SPEC 1128 (DIN ISO/TS 21268-1):2010-02 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) maximale Korngröße wurde geändert auf < 2 mm, wie für Boden üblich;
- b) demineralisiertes Wasser wurde als mögliches Elutionsmittel zugefügt;
- c) 7.1 und 7.2 wurden ausgetauscht und umbenannt in 7.1 „Korngröße“ und 7.2 „Probenvorbereitung“;
- d) 12.1 „Allgemeines“ und 12.2 „Für DIN 19529 erhaltene Validierungsergebnisse“ wurden ergänzt;
- e) A.3.6 „Besondere Anforderungen an Tests unter Berücksichtigung von schwerflüchtigen Bestandteilen“ wurde hinzugefügt;
- f) informativer Anhang C „Berechnung der Zentrifugationsdauer in Abhängigkeit von der Zentrifugationsgeschwindigkeit und Rotorabmessungen“ wurde hinzugefügt;
- g) Verweisungen in Abschnitt 2 und Literaturhinweise wurden aktualisiert.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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

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

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, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe*

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

DIN ISO 11277, *Bodenbeschaffenheit — Bestimmung der Partikelgrößenverteilung in Mineralböden — Verfahren mittels Siebung und Sedimentation*

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

DIN ISO 18512, *Bodenbeschaffenheit — Anleitung für die Lang- und Kurzzeitlagerung von Bodenproben*

— Leerseite —

Bodenbeschaffenheit — Elutionsverfahren für die anschließende chemische und ökotoxikologische Untersuchung von Boden und von Bodenmaterialien — Teil 1: Schüttelverfahren mit einem Flüssigkeits-/Feststoffverhältnis von 2 l/kg Trockenmasse (ISO/DIS 21268-1:2018)

Qualité du sol — Modes opératoires de lixiviation en vue d'essais chimiques et écotoxicologiques ultérieurs des sols et matériaux du sol — Partie 1: Essai en bâchée avec un rapport liquide/solide de 2 l/kg de matière sèche (ISO/DIS 21268-1:2018)

Soil quality — Leaching procedures for subsequent chemical and ecotoxicological testing of soil and soil materials — Part 1: Batch test using a liquid to solid ratio of 2 l/kg dry matter (ISO/DIS 21268-1:2018)

ICS:

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokumentstufe: parallele Umfrage
Dokumentsprache: D

STD Version 2.9d

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	8
4 Kurzbeschreibung	9
5 Reagenzien	10
6 Prüfeinrichtung	10
7 Probenvorbehandlung	12
7.1 Korngröße	12
7.2 Probenvorbereitung	12
7.3 Bestimmung des Trockenmassegehalts und des Wassergehalts	13
7.4 Vorbereitung der Messproben	13
8 Verfahren	14
8.1 Prüfbedingungen	14
8.2 Beschreibung des Verfahrens	14
8.2.1 Auslaugungsschritt	14
8.2.2 Flüssigkeits-/Feststoff-Abscheideschritt	14
8.3 Weitere Vorbereitung des Eluats für die Analyse	16
8.4 Blindversuch für die Anwendung des Auslaugungsverfahrens	16
9 Berechnung	16
10 Prüfbericht	17
11 Analytische Bestimmung	17
11.1 Allgemeines	17
11.2 Berechnung und Informationen zum Blindversuch	17
12 Leistungsmerkmale	17
12.1 Allgemeines	17
12.2 Für DIN 19529 erhaltene Validierungsergebnisse	18
12.2.1 Allgemeines	18
12.2.2 Ergebnisse für Prüfmaterialien mit anorganischen Verunreinigungen	18
12.2.3 Ergebnisse für Prüfmaterialien mit organischen Verunreinigungen	19
Anhang A (informativ) Informationen zum Einfluss der die Auslaugung beeinflussenden Parameter auf die Prüfergebnisse	25
A.1 Einleitung	25
A.2 Allgemeine Aspekte	25
A.3 Die Auslaugung beeinflussende Faktoren	25
A.3.1 Einfluss der Kontaktdauer	25
A.3.2 Einfluss des Flüssigkeits-/Feststoffverhältnisses (L/S)	26
A.3.3 Einfluss des pH-Werts	26
A.3.4 Einfluss reduzierender Eigenschaften	26

A.3.5	Einflussfaktoren der Auslaugung organischer Schadstoffe.....	26
A.3.6	Besondere Anforderungen an Prüfungen zur Berücksichtigung semi-volatiler Komponenten	27
A.4	Gegenüberstellung von Fehlern bei Analyse und Auslaugungsprüfung	27
A.5	Auswertung der Messergebnisse.....	27
Anhang B (informativ) Beispiel für ein spezifisches Flüssigkeits-/Feststoff-Trennverfahren für Bodenproben (gilt nur für die Auslaugung von anorganischen Bestandteilen)		28
B.1	Einleitung	28
B.2	Verfahren	28
B.2.1	Ausrüstung.....	28
B.2.2	Mit den Extrakten in Berührung kommendes Material	28
B.2.3	Arbeitsschritte.....	28
Anhang C (informativ) Berechnung der Zentrifugierungsdauer in Abhängigkeit von der Zentrifugiergeschwindigkeit und den Rotormaßen.....		30
C.1	Einleitung	30
C.2	Berechnungen.....	30
Literaturhinweise.....		32

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 21268-1:2018) 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.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird CEN ISO/TS 21268-1:2009 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 21268-1:2018 wurde von CEN als prEN ISO 21268-1:2018 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

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.

Eine Erläuterung zum freiwilligen Charakter von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT) berücksichtigt, enthält der folgende Link: www.iso.org/iso/foreword.html.

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

Diese erste Ausgabe von ISO 21268-1 ersetzt ISO/TS 21268-1:2007, Abschnitte 1, 2, 4, 5.1, 6, 7.1, 7.2, 8.2.1, 8.2.2, 10, 12 und A.3.5, die technisch überarbeitet wurden.

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

- maximale Korngröße geändert in < 2 mm, wie für Boden üblich;
- vollentsalztes Wasser als mögliches Elutionsmittel hinzugefügt;
- 7.1 und 7.2 wurden ausgetauscht und in 7.1 „Korngröße“ und 7.2 „Probenvorbereitung“ umbenannt;
- 12.1 „Allgemeines“ und 12.2 „Erhaltene Validierungsergebnisse für DIN 19529“ wurden hinzugefügt;
- A.3.6 „Besondere Anforderungen an Prüfungen zur Berücksichtigung semi-volatiler Komponenten“ hinzugefügt;
- informativer Anhang C „Berechnung der Zentrifugierungsdauer in Abhängigkeit von der Zentrifugiergeschwindigkeit und den Rotormmaßen“ wurde hinzugefügt;
- Verweisungen auf Abschnitt 2 und Literaturhinweise wurden aktualisiert.

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

Einleitung

In verschiedenen Ländern sind Prüfungen für die Charakterisierung und Bewertung von Bestandteilen, die aus Materialien freigesetzt werden können, entwickelt worden. Die Freisetzung von löslichen Bestandteilen nach Kontakt mit Wasser wird als ein Hauptmechanismus der Freisetzung betrachtet, der zu einer potenziellen Gefährdung für die Umwelt bei der Verwendung und Beseitigung von Materialien führt. Ziel dieser Prüfungen ist es, die Auslaugungseigenschaften von Materialien zu bestimmen. Die Komplexität des Auslaugungsprozesses macht Vereinfachungen erforderlich.

Von den für das Auslaugungsverhalten relevanten Gesichtspunkten können nicht alle in einer Norm berücksichtigt werden.

Prüfverfahren zur Charakterisierung des Verhaltens von Materialien können in der Regel in drei Kategorien unterteilt werden (EN 12920, EN 12457-2) und werden in ISO 18772 [9] behandelt. Der Zusammenhang zwischen diesen Prüfverfahren ist nachstehend zusammengefasst.

- a) Prüfungen zur „grundlegenden Charakterisierung“ werden durchgeführt, um Angaben über das kurzfristige und langfristige Auslaugungsverhalten und zu den charakteristischen Eigenschaften von Materialien zu erhalten. Diese festgelegten Prüfungen berücksichtigen Flüssigkeits-/Feststoffverhältnisse (L/S), Zusammensetzung des Auslaugungsmittels, Faktoren, die die Auslaugbarkeit bestimmen, wie z.B. pH-Wert, Redoxpotenzial, 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. Diese Prüfverfahren konzentrieren sich auf die Schlüsselvariablen und das Auslaugungsverhalten, die zuvor in den Prüfungen zur grundlegenden Charakterisierung festgestellt wurden.
- c) „Verifizierungsprüfungen vor Ort“ 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 Auslaugungsprüfungen.

Das in der vorliegenden Norm beschriebene Prüfverfahren gehört zur Kategorie b): Übereinstimmungsuntersuchungen.

ANMERKUNG Bis jetzt wurden die in diesem Teil von ISO 21268 beschriebenen Prüfverfahren nicht validiert.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 21268 legt eine Prüfung fest, die Informationen zur Auslaugung von Böden und Bodenmaterialien unter den im Weiteren festgelegten experimentellen Bedingungen und insbesondere bei einem Flüssigkeits-/Feststoffverhältnis von 2 l/kg Trockenmasse liefert.

Dieser Teil von ISO 21268 wurde erstellt, um die Freisetzung anorganischer und organischer Bestandteile aus Böden und Bodenmaterialien sowie die ökotoxikologischen Auswirkungen von Eluaten auf Mikroorganismen, Fauna und Flora zu untersuchen. Die Prüfung ist nicht geeignet für Bestandteile, die unter Umgebungsbedingungen flüchtig sind. Hinsichtlich der ökotoxikologischen Prüfung siehe ISO 15799.

ANMERKUNG 1 Zu den flüchtigen organischen Bestandteilen gehören niedermolekulare Komponenten in Mischungen wie z. B. Mineralöl.

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

ANMERKUNG 3 Für ökotoxikologische Untersuchungen sind Eluate erforderlich, die die Freisetzung sowohl von anorganischen als auch von organischen Schadstoffen widerspiegeln. Im vorliegenden Dokument umfasst die ökotoxikologische Untersuchung auch die genotoxikologische Untersuchung.

Durch das in diesem Teil von ISO 21268 festgelegte Prüfverfahren werden Eluate hergestellt, die anschließend physikalisch, chemisch und ökotoxikologisch nach bestehenden Standardverfahren charakterisiert werden.

Dieses Verfahren ist nicht auf Materialien mit einem Trockenmassegehalt von weniger als 33 % anwendbar.

Dieses Prüfverfahren ist hauptsächlich darauf ausgerichtet, für Routine- und Kontrollzwecke angewendet zu werden; es ist allein nicht ausreichend, um alle Auslaugungseigenschaften eines Bodens zu beschreiben. Für diese erweiterte Zielsetzung sind weitere Auslaugungsprüfungen erforderlich. Dieser Teil von ISO 21268 befasst sich nicht mit gesundheitlichen und sicherheitstechnischen Belangen. Er dient nur der Bestimmung der in Abschnitt 4 dargestellten Auslaugungseigenschaften.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

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

ISO 5667-3, *Water quality — Sampling — Part 3: Guidance on the preservation and handling of water samples*

ISO 7027, *Water quality — Determination of turbidity*

ISO 10523, *Water quality — Determination of pH*

ISO 11464, *Soil quality — Pretreatment of samples for physico-chemical analysis*

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

ISO 18400-101, *Soil quality — Sampling — Framework for the preparation and application of a sampling plan*

ISO 18400-104, *Soil quality — Sampling — Strategies*

ISO 18400-202, *Soil quality — Sampling Preliminary investigations*

ISO 18512, *Soil quality — Guidance on long and short term storage of soil samples*

ISO 23909, *Soil quality — Preparation of laboratory samples from large samples*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Auslaugungsprüfung

Prüfung, bei der ein Material unter genau festgelegten Bedingungen in Kontakt mit einem Auslaugungsmittel gebracht wird und einige Bestandteile des Materials extrahiert werden

3.2

Auslaugungsmittel

Flüssigkeit, die in einer Auslaugungsprüfung verwendet wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Für die Anwendung dieses Teils von ISO 21268 ist das Auslaugungsmittel Wasser, wie in 5.1 festgelegt.

3.3

Eluat

Lösung, die durch eine Auslaugungsprüfung erhalten wird (auch Auslaugungsmittel genannt)

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.

3.5

Trockenmassegehalt

w_{dm}

in Prozent angegebenes Verhältnis zwischen der nach ISO 11465 bestimmten Masse des Trockenrückstands und der entsprechenden Rohmasse

3.6

Wassergehalt

w_{H_2O}

in Prozent angegebenes Verhältnis zwischen der im Material im Anlieferungszustand enthaltenen Wassermasse und dem entsprechenden Trockenrückstand des Materials

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Grundlage zur Berechnung des Wassergehalts ist die Masse des Trockenrückstands in diesem Teil von ISO 21268, wie in ISO 11465 (zur Bestimmung des Wassergehalts von Boden) festgelegt.

3.7

Laboratoriumsprobe

Probe oder Teilprobe(n), die dem Labor übergeben oder von diesem erhalten wird (werden)

3.8

Untersuchungsprobe

aus der Laboratoriumsprobe hergestellte Probe, aus der die Messproben zur Prüfung oder Analyse entnommen werden

3.9

Messprobe

Menge eines Materials in angemessener Größe für die Messung der Konzentration oder anderer interessierender Eigenschaften, die der Untersuchungsprobe 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 Untersuchungsprobe.

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

3.10

Bodenmaterial

bodenähnliches Material

Bodenaushub, Baggergut, künstlich hergestellte Böden, sanierte Böden und Auffüllungsböden

[QUELLE: ISO 15176:2002, 3.1.4]

4 Kurzbeschreibung

Die Messprobe, die ursprünglich oder nach geeigneter Vorbehandlung eine Korngröße kleiner oder gleich 2 mm aufweist, wird unter festgelegten Bedingungen mit Wasser in Kontakt gebracht, das eine geringe Konzentration (0,001 mol/l) Calciumchlorid oder vollentsalztes Wasser (5.1) enthält. 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. Der feste Rückstand wird anschließend von der Flüssigkeit abgetrennt. Das Trennverfahren kann die Prüfergebnisse stark beeinflussen und muss bei organischen Bestandteilen besonders streng sein. Die Eigenschaften des Eluats werden mithilfe von Verfahren gemessen, die den für die Wasseranalyse entwickelten Verfahren so angepasst wurden, dass sie die Kriterien für Eluatanalysen erfüllen und/oder dass das Eluat einer anschließenden ökotoxikologischen Untersuchung unterzogen werden kann.

Nach Beendigung der Prüfung müssen die vom Material beeinflussten Auslaugungsbedingungen wie pH-Wert, elektrische Leitfähigkeit und wahlweise DOC, Redoxpotential oder Trübung aufgezeichnet werden.

ANMERKUNG 1 Diese Parameter steuern oft das Auslaugungsverhalten von Bodenmaterialien und sind daher bei der Auswertung der Prüfergebnisse von Bedeutung.

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

Das in diesem Teil von ISO 21268 beschriebene Verfahren beruht auf strengeren Prüfanforderungen an die Bestimmung der Freisetzung organischer Bestandteile und die anschließende ökotoxikologische Untersuchung. Wenn nur die Freisetzung anorganischer Bestandteile zu messen ist, dürfen weniger strenge Anforderungen an einige Schritte des Verfahrens angepasst werden.

5 Reagenzien

5.1 Vollentsalztes Wasser oder **deionisiertes Wasser** oder **Wasser von gleichwerter Reinheit** ($5 < \text{pH} < 7,5$) mit einer Leitfähigkeit $< 0,5 \text{ mS/m}$ in Übereinstimmung mit dem in ISO 3696 festgelegten Grad 3, aufgestockt auf **0,001 mol/l CaCl_2** . In besonderen Fällen (d. h. die Messung von Ca und/oder Chlorid in dem Eluat sind von Bedeutung oder die Probe weist eine eigene Salzbelastung auf), kann auch Wasser ohne die Hinzugabe von CaCl_2 verwendet werden. Das verwendete Auslaugungsmittel ist im Prüfbericht anzugeben.

ANMERKUNG 1 Die Anwendung von vollentsalztem Wasser als Auslaugungsmittel kann die Trübung erhöhen und die Ionenkonzentration bei einigen Bodenarten reduzieren (z. B. hoher Anteil an organischen Substanzen) und zu erhöhten Konzentrationen von zu Kolloiden adsorbierten Analyten führen.

ANMERKUNG 2 Bei Eluaten, die nicht für ökotoxikologische Untersuchungen verwendet werden sollen, darf Natriumazid (NaN_3) bis zu einer Endkonzentration von 0,1 % hinzugefügt werden, um einen mikrobiellen Abbau der organischen Schadstoffe zu verhindern. Es ist jedoch allgemein bekannt, dass die Hinzugabe von NaN_3 den biologischen Abbau nur dann minimiert, wenn eine sehr hohe und gleichzeitig extrem giftige Konzentration des Eluents verwendet wird. Aus diesem Grund sollten andere Maßnahmen erwogen werden, um einen biologischen Abbau in der Probe oder dem gesammelten Eluat zu vermeiden/reduzieren (z. B. Anwendung von γ -Strahlung auf die Probe, ein dunkler klimatisierter Raum, kürzere Eluatsammelzeiten usw.). Wenn nur anorganische Bestandteile gemessen werden, ist die Zugabe von NaN_3 nicht empfohlen.

5.2 Spüllösungen: Salpetersäure 0,1 mol/l (analysenrein) und/oder organische Lösungsmittel (Aceton).

6 Prüfeinrichtung

6.1 Glasflaschen aus **Borosilikatglas** hoher Reinheit nach ISO 5667-3 mit einem Nennvolumen von 1 l, mit Deckeln aus inertem Material, zum Beispiel PTFE (Polytetrafluorethylen). Spülen ist obligatorisch und sollte sicherstellen, dass in zuvor verwendeten Flaschen keine Hintergrundkonzentration von Analyten vorliegt.

ANMERKUNG 1 Wenn nur anorganische Parameter analysiert werden, können alternative Materialien wie z. B. Flaschen aus HDPE/PP verwendet werden; eine Ausnahme stellen nicht konservierte Proben für die Quecksilberanalyse dar.

Das Volumen von 1 l in Verbindung mit der Masse m von 350 g nach der Festlegung in 7.4 wird zur Minimierung des Dampfraums bei einem L/S von 2 l/kg Trockenmasse gewählt. Bei einem Material mit geringer Dichte sind zur Sicherstellung eines minimalen Dampfraums gegebenenfalls Abweichungen von dieser Anforderung erforderlich. Diese Abweichung sollte im Prüfbericht angegeben werden.

ANMERKUNG 2 Glas von hoher Qualität wird sowohl für Metalle als auch für organische Schadstoffe als geeignet angesehen, besonders weil der pH-Bereich bei Bodenuntersuchungen üblicherweise nicht die Bedingungen ($\text{pH} > 10$ und $\text{pH} < 3$) einschließt, bei denen Glas selbst teilweise gelöst werden kann.

ANMERKUNG 3 Eine Hitzebehandlung der verwendeten Glasgeräte bei 550°C kann zum Entfernen von Analytspuren angewendet werden. Es wurde jedoch gezeigt, dass diese Behandlung zu einer erhöhten Adsorption von organischen Substanzen aus der Luft führt.

6.2 Glasflasche mit einem Nennvolumen von 5 l, die zu verwenden ist, wenn Proben aus Wiederholungsprüfungen nach dem Zentrifugieren zur weiteren Analyse oder Prüfung wiedervereignet werden.

6.3 Überkopfschüttler (5 min^{-1} bis 10 min^{-1}) **oder ein Walzentisch** mit einer Drehzahl von etwa 10 min^{-1} .

Es dürfen andere Schüttelgeräte verwendet werden, vorausgesetzt, sie liefern nachweislich gleichwertige Ergebnisse. Diese Schüttelgeräte sind festgelegt, weil ein übermäßiger Abrieb, der zu einer signifikanten Teilchengrößenreduktion führt, vermieden werden sollte.

6.4 Filtrationsvorrichtung, entweder ein Vakuumfiltrationsgerät (zwischen 2,5 kPa und 4,0 kPa) oder ein Hochdruckfiltrationsgerät ($< 0,5$ MPa). Spülen ist obligatorisch. Wenn mittelflüchtige Bestandteile zu untersuchen sind, darf keine Vakuumfiltration angewendet werden.

6.5 0,45- μ m-Membranfilter, vorgespült oder ähnlich gereinigt [z. B. gespült mit 0,1 mol/l HNO_3 (5.2) und Wasser (5.1)] (nur für die Analyse anorganischer Substanzen).

6.6 Glasfaserfilter mit einem Abscheidegrad von 0,7 μ m (nur für die Analyse organischer Substanzen)

ANMERKUNG Die Filter (6.5 und 6.6) sollten so ausgewählt werden, dass keine interessierenden Verbindungen adsorbiert (oder freigesetzt) werden. Das kann in Vorversuchen geprüft werden.

6.7 Siebvorrichtung mit Sieben mit einer Nenn-Maschenweite von beispielsweise 2 mm und 4 mm.

ANMERKUNG Durch das Sieben kann eine Kontamination der Probe in einem Ausmaß erfolgen, das die Auslaugung einiger interessierender Bestandteile beeinflusst; z. B. Chrom, Nickel und Molybdän aus Zerkleinerungsvorrichtungen aus nichtrostendem Stahl oder Weichmacher aus Kunststoffsieben.

6.8 Zentrifuge, die bei 20 000 g bis 30 000 g betrieben wird, unter Verwendung von Zentrifugenröhrchen aus Perfluoralkoxyalkan (PFA) oder von Röhrchen aus einem anderen Material, das sowohl in Bezug auf anorganische als auch organische Verbindungen inert und geeignet für Hochgeschwindigkeitszentrifugation ist [11].

Wenn keine Hochgeschwindigkeitszentrifuge zur Verfügung steht, darf alternativ in Kombination mit einer verlängerten Zentrifugierdauer eine Zentrifuge eingesetzt werden, die bei 2 000 g bis 2 500 g betrieben wird und bei Glasflaschen verwendet werden. Um die gewünschte Temperatur aufrechtzuerhalten, muss gekühlt werden.

6.9 Gerät zur Messung der elektrischen Leitfähigkeit.

6.10 pH-Wert-Messgerät nach ISO 10523.

6.11 Zwei Thermometer zur Messung der Lufttemperatur und der Temperatur des Auslaugungsmittels.

6.12 Gerät zur Messung des Redoxpotenzials (optional).

6.13 Waage mit einer Fehlergrenze von mindestens 0,1 g.

6.14 Messzylinder zur Bestimmung des Volumens mit einer Fehlergrenze von 1 %.

6.15 Probenteiler für die Entnahme von Teilproben aus den Laboratoriumsproben (optional).

6.16 Gerät zur Trübungsmessung, wie in ISO 7027 festgelegt.

6.17 Zerkleinerungsvorrichtung: ein Backenbrecher.

ANMERKUNG Durch die Teilchengrößenreduktion kann eine Kontamination der Probe in einem Ausmaß erfolgen, das die Auslaugung einiger interessierender Bestandteile beeinflusst, z. B. Chrom, Nickel und Molybdän aus Zerkleinerungsvorrichtungen aus nichtrostendem Stahl.

7 Probenvorbehandlung

7.1 Korngröße

Die Prüfungen sind mit auf < 2 mm gesiebttem Material durchzuführen.

Andere maximale Korngrößen können angewendet werden, wenn der Naturboden grober ist und größere Mengen Kies enthält. Dies muss dokumentiert werden.

ANMERKUNG 1 Als Boden gilt üblicherweise die Fraktion mit einer Größe von weniger als 2 mm. Für bodenähnliches Material besteht in den meisten Fällen keine allgemeine Festlegung. Die vorzubereitende Messprobe sollte üblicherweise keine Partikel mit einer Größe von mehr als 10 mm enthalten.

Es ist im Allgemeinen vorzuziehen, die Korngröße nicht zu reduzieren, wenn sich dies vermeiden lässt. Überkorn in der Probe ist abzutrennen und zu verwerfen. Überkorn natürlicher Herkunft in der Probe ist abzutrennen und zu verwerfen. Wenn angenommen wird, dass Überkorn anthropogener Herkunft interessierende Verunreinigungen enthält und 5 % (Massenanteil) übersteigt, ist der gesamte Überkornanteil durch Sieben abzutrennen (6.17). Auf keinen Fall darf das Material fein gemahlen werden. Ungeachtet jeglicher erforderlicher Größenreduzierung sind die einzelnen Fraktionen, mit Ausnahme des nicht zerkleinerbaren und verworfenen Materials, zu mischen, um die Untersuchungsprobe zu erhalten.

ANMERKUNG 2 Die Zerkleinerung und Hinzufügung von nicht-natürlichem Überkorn ist insbesondere dann erforderlich, wenn die Untersuchung des Einflusses anthropogener Komponenten auf das Auslaugungsverhalten von Böden oder bodenähnlichen Materialien von besonderem Interesse ist.

Wenn die Laboratoriumsprobe aufgrund ihres Wassergehalts nicht homogenisiert oder gesiebt werden kann, ist es nur in diesem Fall zulässig, die Laboratoriumsprobe nach ISO 11464, 5.3.2 „Air drying“ zu trocknen. Die Trocknungstemperatur darf 30 °C nicht überschreiten.

Sieben und Trocknen bei 30 °C sowie Zerkleinern können zu einem Verlust an mittelflüchtigen Bestandteilen (anorganischen und organischen) führen. In diesem Fall ist die Korngrößenreduzierung und Trocknung zu vermeiden, da diese die Auslaugungseigenschaften verändert (siehe A.3.6).

ANMERKUNG 3 Durch das Sieben kann eine Kontamination der Probe in einem Ausmaß erfolgen, das die Auslaugung einiger interessierender Bestandteile beeinflusst; z. B. Chrom, Nickel und Molybdän aus Vorrichtungen aus nichtrostendem Stahl oder Weichmacher aus Kunststoffsieben.

7.2 Probenvorbereitung

Um repräsentative Laboratoriumsproben zu erhalten, muss die Probenahme nach dem Leitfaden für die Erstellung eines Probenahmeplans für Bodenmaterialien, wie in der Normenreihe ISO 14800 und ISO 23909 festgelegt, erfolgen.

Eine repräsentative Laboratoriumsprobe von mindestens 2 kg (Trockenmasse) Material ist zu entnehmen. Zur Teilung der Probe ist ein Probenteiler (6.15) zu verwenden oder die Teilung ist durch Kegelbildung und Vierteln vorzunehmen.

Die Laboratoriumsprobe ist in geschlossenen Verpackungen und bei niedrigen Temperaturen (4 °C) zu lagern, um unerwünschte Änderungen des Materials zu verhindern (siehe ISO 18512).

ANMERKUNG 1 Wenn es für die chemische Analyse oder ökotoxikologische Untersuchung notwendig ist, können größere Eluatvolumina durch die Kombination von Eluaten aus Wiederholungsprüfungen nach der Zentrifugation (oder Filtration) erhalten werden. Alternativ können größere Eluatvolumina auch in einer einzelnen Prüfung erzeugt werden, vorausgesetzt, dass die Verhältnisse in Bezug auf L/S und minimalen Dampfraum eingehalten werden.

ANMERKUNG 2 Das erforderliche Eluatvolumen hängt von dem spezifischen Zweck und der anschließenden chemischen Analyse und/oder ökotoxikologischen Untersuchung ab, die am Eluat durchzuführen ist. Die Analyse von anorganischen Bestandteilen erfordert üblicherweise 20 ml bis 500 ml Eluat, die Analyse organischer Bestandteile von 250 ml bis 2 000 ml, in Abhängigkeit von der Anzahl und der Art der zu analysierenden Gruppen organischer Bestandteile (DOC von 100 ml bis 250 ml), die ökotoxikologische Untersuchung erfordert 100 ml bis 2 000 ml.

ANMERKUNG 3 Der erforderliche Umfang der Laboratoriumsprobe hängt von der Korngrößenverteilung des zu analysierenden Bodens ab (siehe ISO 23909). Der festgelegte Probenumfang ist im Allgemeinen angemessen. In speziellen Fällen kann ein kleinerer Probenumfang zulässig sein, zum Beispiel, wenn aus bestimmten Gründen weniger Material zur Verfügung steht, vorausgesetzt, die Prüfung kann nach den Festlegungen in 7.2 bis 7.4 durchgeführt werden.

Sämtliche Abweichungen zur Erfüllung der Anforderungen an Probenumfang oder -volumen müssen im Prüfbericht angegeben werden.

7.3 Bestimmung des Trockenmassegehalts und des Wassergehalts

Die gesamte Untersuchungsprobe, die das Korngrößenkriterium nach 7.2 erfüllt, darf nicht weiter getrocknet werden. Der Wassergehalt der Untersuchungsprobe ist an einer getrennten Messprobe bei $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ zu bestimmen. Das ist bei der Einstellung des L/S zu berücksichtigen. Die Trockenmasse der Probe ist bei $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ nach ISO 11465 zu bestimmen und der Trockenmassegehalt wird nach Gleichung (1) berechnet.

$$w_{\text{dm}} = 100 \times m_{\text{D}}/m_{\text{W}} \quad (1)$$

Dabei ist

w_{dm} der Trockenmassegehalt, in %;

m_{D} die Masse der getrockneten Probe, in kg;

m_{W} die Masse der ungetrockneten Probe, in kg.

Der Wassergehalt ($w_{\text{H}_2\text{O}}$ in %) wird berechnet nach:

$$w_{\text{H}_2\text{O}} = 100 \times (m_{\text{W}} - m_{\text{D}})/m_{\text{D}} \quad (2)$$

ANMERKUNG Wenn in der Bodenprobe flüchtige oder nicht stabile Verbindungen vorliegen, kann dieses gravimetrische Verfahren nicht für eine genaue Bestimmung des Wassergehalts angewendet werden.

Wenn die Bodenprobe vor der Prüfung luftgetrocknet wird, muss auch der Trockenmassegehalt der luftgetrockneten Probe $w_{\text{dm,AD}}$ bestimmt werden.

7.4 Vorbereitung der Messproben

Aus der Untersuchungsprobe ist eine Messprobe mit einer Gesamtmasse m , die eine Trockenmasse (m_{D}) von (350 ± 5) g (gemessen mit einer Fehlergrenze von 0,1 g, 6.13) enthält, herzustellen. Zur Teilung der Probe ist ein Probenteiler (6.15) zu verwenden oder die Teilung ist durch Kegelbildung und Vierteln vorzunehmen.

$$m = 100 \times m_{\text{D}}/w_{\text{dm}} \quad (3)$$

ANMERKUNG Die Probenteilung oder das Aufkegeln und Vierteln kann zu einem Verlust an mittelflüchtigen Bestandteilen (anorganischen und organischen) führen.

Hinsichtlich der Mindestanforderungen an das für analytische Zwecke benötigte Probenvolumen kann es erforderlich sein, Messproben größeren Umfangs und ein entsprechend größeres Volumen des Auslaugungsmittels einzusetzen. Diese Abweichung von diesem Teil von ISO 21268 muss im Prüfbericht angegeben werden.

Wenn die Prüfung an einer luftgetrockneten Probe durchgeführt wird, ist zur Bestimmung der Probenmasse der Messprobe $w_{\text{dm,AD}}$ statt w_{dm} zu verwenden.

8 Verfahren

8.1 Prüfbedingungen

Die Auslaugungskonformitätsprüfung ist bei Raumtemperatur (20 ± 5) °C durchzuführen.

8.2 Beschreibung des Verfahrens

8.2.1 Auslaugungsschritt

Die Messprobe mit einer Gesamtmasse m von (350 ± 5) g Trockenmasse m_D wird in eine Flasche (6.1) gegeben.

Je nach Korngrößenverteilung dürfen andere Messproben verwendet werden, sofern eine repräsentative Menge verwendet wird (siehe 7.1).

Eine Menge (V_L) des Auslaugungsmittels wird mithilfe einer Waage (6.13) oder eines Messzylinders (6.13) hinzugegeben, um ein Flüssigkeits-/Feststoffverhältnis (L/S) von $(2 \pm 0,04)$ l/kg während der Extraktion zu erzielen. Es muss darauf geachtet werden, dass eine gründliche Durchmischung von Feststoff und Flüssigkeit erreicht wird.

$$V_L = [10 - w_{H_2O}/(\rho_{H_2O} \times 100)] \times m_D \quad (4)$$

Dabei ist

V_L das verwendete Volumen des Auslaugungsmittels, in l;

m_D die Trockenmasse der Messprobe, in kg;

ρ_{H_2O} die Dichte von Wasser (üblicherweise als 1 kg/l);

w_{H_2O} der Wassergehalt der Messprobe, in %.

Die verschlossene Flasche wird in ein Schüttelgerät (6.3) gegeben. Die Flasche wird $(24 \pm 0,5)$ h geschüttelt.

Alternativ können 6 h statt 24 h angewendet werden, wenn nachgewiesen werden kann, dass ein Gleichgewicht oder ein annäherndes Gleichgewicht erreicht ist, oder wenn für Zwecke der Qualitätskontrolle eine kurze Gesamtverfahrenszeit erforderlich ist. In diesem Fall sollte aufgezeichnet werden, dass die Auslaugung für 6 h erfolgte.

Das Absetzen von Feststoffen in der Flasche während des Schüttelns ist zu vermeiden. Am Ende der Schütteldauer ist die Flasche vom Schüttelgerät zu nehmen.

8.2.2 Flüssigkeits-/Feststoff-Abscheideschritt

Die suspendierten Feststoffe sind für (15 ± 5) min absetzen zu lassen.

Der Überstand wird in Zentrifugenröhrchen übertragen (6.8). Der Zentrifugenbehälter sollte so ausgewählt werden, dass keine Analyten adsorbiert (oder freigesetzt) werden.

Es gibt zwei Möglichkeiten der Zentrifugation:

- a) Zentrifugieren des Eluats für 30 min bei 20 000 *g* bis 30 000 *g* unter Anwendung einer Ultrazentrifuge (6.8).
- b) Das Eluat wird für 5 h bei 2 000 *g* bis 2 500 *g* in Glasflaschen unter Anwendung einer niedrigtourigen Zentrifuge zentrifugiert (6.7).

Zur Aufrechterhaltung einer Temperatur von $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$ muss gekühlt werden (siehe 8.1).

ANMERKUNG 1 Auf der Grundlage des Stokes'schen Gesetzes kann erwartet werden, dass die Ergebnisse beider Zentrifugationsverfahren vergleichbar sind. Andere alternative Kombination aus Zentrifugenbeschleunigung und -dauer können angewendet werden, wenn vergleichbare Bedingungen in Bezug auf die Rotorfestlegungen (siehe Anleitung in Anhang C) berechnet werden.

Die Zentrifuge muss vorsichtig gebremst werden, um eine erneute Suspension zu vermeiden. Die Dauer der Abbremsung darf 20 min nicht überschreiten.

ANMERKUNG 2 Sofern leichte Komponenten (z. B. kohlehaltige Partikel) nach der Zentrifugierung noch schweben, kann eine Glasfaserfiltration (6.6) angewendet werden, um solche Partikel zu entfernen oder die Trübung zu reduzieren.

Nach dem Zentrifugieren muss das Eluat unmittelbar in einen geeigneten Behälter zur Messung des pH-Werts, Redoxpotenzials (siehe auch vorletzten Absatz von 8.2.2) überführt und für die anschließenden chemischen Analysen und/oder ökotoxikologischen Untersuchungen aufbewahrt werden. Dieses Eluat kann grundsätzlich für die Analyse anorganischer und organischer Bestandteile verwendet werden.

Wenn nur anorganische Bestandteile gemessen werden, kann das dekantierte Eluat unter Anwendung geeigneter Membranfilter (6.5) und einer Vakuum- oder Druckfiltrationsvorrichtung (6.4) filtriert werden. Wenn die Filtration nicht entsprechend den Festlegungen in weniger als 1 h mit einer Durchflussrate der Flüssigkeit von mindestens 30 ml/cm²/h durchgeführt werden kann, muss ein für den betreffenden Fall spezifisches Flüssigkeits-Feststoff-Trennverfahren angewendet werden. Einzelheiten sind im Prüfbericht anzugeben. Dieses spezifische Verfahren darf nicht die Verwendung von Zusätzen einschließen.

ANMERKUNG 3 Bei anorganischen Bestandteilen ist es oft wünschenswert, vor der Filtration das Eluat bei 2 000 *g* bis 3 000 *g* für 20 min vor der Filterung unter Anwendung von Glasflaschen mit Schraubkappe und Einlage aus Polytetrafluorethylen (oder, wenn möglich, der direkten Anwendung der Auslaugungsflasche) vorzuzentrifugieren. Höhere Geschwindigkeiten oder längere Zeiten dürfen ebenfalls angewendet werden (siehe Anhang C).

ANMERKUNG 4 Ein derartiges spezifisches Flüssigkeits-Feststoff-Trennverfahren kann Absetzen, Vorfiltration mit einem groben Filter, Zentrifugation, Filtration über Membranfilter mit großer Porenweite, Hochdruckfiltration, Filtration bei zunehmendem Druck nach einer ersten drucklosen Periode usw. einschließen.

ANMERKUNG 5 Ein Beispiel für ein spezifisches Flüssigkeits-Feststoff-Trennverfahren ist in Anhang B angeführt und wurde bei Bodenproben angewendet.

Das Volumen des Eluats V_E wird bestimmt oder das Volumen des verwendeten Aliquots dokumentiert.

Die elektrische Leitfähigkeit (in mS/m), die Temperatur und der pH-Wert des Eluats sind unverzüglich zu messen. Die Messung von Trübung, Redoxpotential (E_h in mV) und DOC wird sehr empfohlen.

Unter bestimmten Umständen, insbesondere bei alkalischen Eluaten, wird empfohlen, den pH-Wert des Roheluats vor der Filtration oder Zentrifugation zu messen, da diese Arbeitsgänge den pH-Wert des Eluats ändern können.

Die Analyse von DOC im Eluat wird sehr empfohlen, da diese Eigenschaft sowohl für die Freisetzung anorganischer Stoffe als auch organischer Stoffe von Bedeutung ist.

8.3 Weitere Vorbereitung des Eluats für die Analyse

Falls notwendig, ist das Eluat in eine entsprechende Anzahl von Teilproben für die verschiedenen chemischen Analysen zu teilen und diese sind nach den Anforderungen in ISO 5667-3 aufzubewahren. Wenn die Eluate in Biotests zu verwenden sind, müssen sie möglichst schnell aufbereitet werden, mindestens jedoch innerhalb einer Aufbewahrungsdauer von 7 d bei höchstens 4 °C.

Da Eluate für Biotests kein NaN_3 enthalten sollten (siehe 5.1), kann während der Prüfung und während der Aufbewahrungsdauer des Eluats ein mikrobieller Abbau von organischen Schadstoffen stattfinden. Deshalb wird sehr empfohlen, Biotests an Eluaten, die organische Schadstoffe enthalten, möglichst bald nach Abschluss der Auslaugungsprüfung durchzuführen.

8.4 Blindversuch für die Anwendung des Auslaugungsverfahrens

Blindversuche sind in regelmäßigen Zeitabständen durchzuführen, um soweit wie möglich zu überprüfen, wie gut das gesamte Verfahren durchgeführt wird. Ein Volumen des Auslaugungsmittels von 900 ml wird dem gesamten Verfahren unterzogen, beginnend bei 8.2.1 und ohne Verwendung einer Bodenprobe.

Das Eluat dieses Blindversuchs muss die folgenden Mindestanforderungen erfüllen: Im Eluat des Blindversuchs muss die Konzentration jedes betrachteten Elements kleiner als 20 % der im Eluat des untersuchten Materials bestimmten Konzentration oder kleiner als 20 % der Eluatkonzentration eines Grenzwerts sein, mit dem das Messergebnis zu vergleichen ist. Zu betrachtende Elemente sind alle Elemente, die im Eluat des untersuchten Materials zu bestimmen sind.

Wenn die vorstehend genannten Anforderungen nicht erfüllt werden, ist es erforderlich, die Kontamination zu verringern. Die Ergebnisse des Blindversuchs dürfen nicht von den Ergebnissen der Auslaugungsprüfung für das Material abgezogen werden.

Die vorstehend genannten Festlegungen berücksichtigen nicht den Sieb- oder den Teilungsschritt. Um die mögliche Kontamination während dieser drei Schritte auf ein Mindestmaß zu verringern, wird empfohlen, einen repräsentativen Anteil der Laboratoriumsprobe der Aufbereitung durch die Sieb-, Zerkleinerungs- und Teilungsvorrichtung zu unterziehen und dieses Material danach zu verwerfen. Diese Festlegung berücksichtigt nicht die in der Anmerkung unter 6.6 beschriebene Situation.

9 Berechnung

Die Konzentrationen der Bestandteile in den Extraktionslösungen werden mit geeigneten Analysenverfahren gemessen. Die sich ergebenden Konzentrationen werden in mg/l angegeben. Das Endergebnis ist ein Massenanteil, berechnet auf der Grundlage des Volumens der Extraktlösung und der verwendeten Masse der Messprobe, in mg/kg Trockenmasse.

Die Menge eines aus dem Material ausgelaugten Bestandteils ist auf der Basis der Trockenmasse des Ausgangsmaterials nach Gleichung (5) zu berechnen:

$$A = \rho_{\text{consti}} \times \left\{ (V_L / m_D) + [w_{\text{H}_2\text{O}} / (\rho_{\text{H}_2\text{O}} \times 100)] \right\} \quad (5)$$

Dabei ist

- A die Freisetzung eines Bestandteils bei $L/S = 2$ (mg/kg Trockenmasse);
- ρ_{consti} die Konzentration eines bestimmten Bestandteils im Eluat, in mg/l;
- V_L das verwendete Volumen des Auslaugungsmittels, in l;
- $w_{\text{H}_2\text{O}}$ der Wassergehalt, berechnet nach Gleichung (2);
- m_D die Masse der getrockneten Messprobe, in kg;
- $\rho_{\text{H}_2\text{O}}$ die Dichte von Wasser (üblicherweise als 1 kg/l).

10 Prüfbericht

Der Prüfbericht muss sich auf diesen Teil von ISO 21268 beziehen und die folgenden Einzelheiten einschließen:

- a) alle für die vollständige Identifizierung der Probe notwendigen Angaben;
- b) Angaben zur Probenvorbehandlung;
- c) Art des Auslaugungsmittels;
- d) Zentrifugiergeschwindigkeit/Zentrifugalkraft, Zeitdauer und Art der verwendeten Gefäße, Temperaturablesungen;
- e) die Prüfergebnisse (z. B. chemische Analyse);
- f) sämtliche Einzelheiten, die wahlfrei sind, bzw. alle Abweichungen von den Festlegungen in diesem Teil von ISO 21268, und alle Auswirkungen, die möglicherweise die Ergebnisse beeinflusst haben.

11 Analytische Bestimmung

11.1 Allgemeines

Da der Analysenschritt nicht im Anwendungsbereich dieses Teils von ISO 21268 enthalten ist, muss das in dem Teil von ISO 21268, der einer derartigen Analyse gewidmet ist, festgelegte Analysenverfahren aufgenommen werden, einschließlich des Datums der Analyse, der Lagerungsbedingungen bis zur Durchführung der Analyse, der Bestimmungsgrenze des angewendeten Analysenverfahrens, der Anschrift des Labors und Name(n) des (der) Durchführenden.

11.2 Berechnung und Informationen zum Blindversuch

Folgendes muss enthalten sein:

- Ergebnisse der Berechnung der ausgelaugten Mengen, in mg/kg Trockenmasse, mit Verweis auf die entsprechenden Unterabschnitte dieses Teils von ISO 21268;
- Datum des zuletzt durchgeführten Blindversuchs;
- Ergebnisse des Blindversuchs, einschließlich der für das betrachtete Material untersuchten Elemente und Gehalte, oberhalb derer die Ergebnisse als gültig angesehen werden können, wenn sie mit den gemessenen Konzentrationen, in mg/l, verglichen werden.

12 Leistungsmerkmale

12.1 Allgemeines

Daten zur Robustheit, Wiederholpräzision und Vergleichpräzision ausgewählter anorganischer und organischer Bestandteile können deutschen Forschungsstudien zur Validierung von DIN 19529 auf der Grundlage von Böden und Bodenmaterialien entnommen werden (siehe Tabelle 1 und Tabelle 5). Die Prüfbedingungen sind ähnlich wie in ISO/TS 21268-1 mit Ausnahme des Eluents, das in jedem Fall vollentsalztes Wasser war. Die Korngröße des Bodens betrug < 2 mm oder teilweise < 10 mm (während der Probenvorbereitung fand keine Zerkleinerung statt). Membranfiltration mit 0,45 µm wurde für anorganische Parameter und Glasfaserfiltration mit 0,7 µm für organische Mischungen nach der Zentrifugierung angewendet. Die Ergebnisse können für diesen Teil von ISO 21268 unter Beachtung der festgelegten Beschränkungen angewendet werden.