DIN EN ISO 21268-3

DIN

ICS 13.080.05

Entwurf

Einsprüche bis 2018-04-16
Vorgesehen als 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/DIS 21268-3:2018); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 21268-3:2018

Soil quality –
Leaching procedures for subsequent chemical and ecotoxicological testing of soil and soil materials –
Part 3: Up-flow percolation test (ISO/DIS 21268-3:2018);
German and English version prEN ISO 21268-3:2018

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/DIS 21268-3:2018);
Version allemande et anglaise prEN ISO 21268-3:2018

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 85 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

© DIN Deutsches Institut für Normung e. V. · Jede Art der Vervielfältigung, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung des DIN Deutsches Institut für Normung e. V., Berlin, gestattet.
Alleinverkauf der Normen durch Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin

Preisgruppe 18
www.din.de
www.beuth.de

Documents
Document Sharing Hub
2810286

Full document details: E DIN EN ISO 21268-3:2018-03

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 21268-3:2018) 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 beigefügt. 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 5725-5	siehe	DIN ISO 5725-5
ISO 7027	siehe	DIN EN ISO 7027
ISO 10523	siehe	DIN EN ISO 10523
ISO 18400-101	siehe	DIN ISO 18400-101
ISO 18400-104	siehe	DIN ISO 18400-104
ISO 18400-202	siehe	DIN ISO 18400-202
ISO 18512	siehe	DIN ISO 18512

Änderungen

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

a) maximale Korngröße geändert auf kleiner 2 mm wie für Boden üblich;

b) demineralisiertes Wasser als mögliches Elutionsmittel zugefügt;

c) den Säulendurchmesser von „5 oder 10 cm“ auf „5 bis 10 cm“ geändert;

d) Flussrate von 30 cm/d als Option aufgrund von Robustheitstest hinzugefügt;

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

f) Abschnitte 11.1 „Allgemeines“, 11.2 „In Japan durchgeführte Validierungsversuche“ und 11.3 „In Deutschland erhaltene Validierungsergebnisse (DIN 19528)“ ergänzt;

g) B.2 „Korngrößenverteilung“ gelöscht;

h) A.3.6 „Besondere Anforderungen an Tests unter Berücksichtigung von schwerflüchtigen Bestandteilen“ hinzugefügt;

i) informativer Anhang C „Berechnung der Zentrifugationsdauer in Abhängigkeit von der Zentrifugationsgeschwindigkeit und Rotorabmessungen“ hinzugefügt;

j) Verweisungen in Abschnitt 2 und Literaturhinweise aktualisiert.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 21268-3:2018-03

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 5725-5, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 5: Alternative Methoden für die Ermittlung der Präzision 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 18400-101, *Bodenbeschaffenheit — Probenahme — Teil 101: Rahmen für die Vorbereitung und Anwendung eines Probenahmeplans*[*)]

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

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

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

[*)] Z. Z. Entwurf.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 21268-3:2018-03

— Leerseite —

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 21268-3:2018-03

– Entwurf –

CEN/TC 444

Datum: 2018-02

prEN ISO 21268-3:2018

CEN/TC 444

Sekretariat: NEN

Bodenbeschaffenheit — Elutionsverfahren für die anschließende chemische und ökotoxikologische Untersuchung von Boden und von Bodenmaterialien — Teil 3: Perkolationstest im Aufwärtsstrom (ISO/DIS 21268-3:2018)

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/DIS 21268-3:2018)

Soil quality — Leaching procedures for subsequent chemical and ecotoxicological testing of soil and soil materials — Part 3: Up-flow percolation test (ISO/DIS 21268-3:2018)

ICS:

Deskriptoren:

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

STD Version 2.9d

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 21268-3:2018-03

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort 4

Vorwort 5

Einleitung 6

1 Anwendungsbereich 7

2 Normative Verweisungen 7

3 Begriffe 8

4 Kurzbeschreibung 9

5 Reagenzien und Materialien 10

6 Prüfeinrichtung 10

7 Probenvorbehandlung 12
7.1 Korngröße 12
7.2 Probenvorbereitung 13
7.3 Messprobe 13
7.4 Bestimmung des Trockenmassegehalts 14

8 Verfahren 14
8.1 Temperatur 14
8.2 Vorbereitung 14
8.3 Packen der Säule 14
8.4 Beginn der Prüfung 16
8.5 Sammeln von zusätzlichen Eluatfraktionen 17
8.6 Weitere Vorbereitung der Eluate für die Analyse 19
8.7 Blindversuch 19

9 Berechnungen 19

10 Prüfbericht 20

11 Leistungskenngrößen 20
11.1 Allgemeines 20
11.2 In Japan durchgeführte Validierungsversuche 22
11.2.1 In Übereinstimmung mit ISO/TS 21268-3:2004 durchgeführte Ringversuche 22
11.2.2 Robustheitsprüfung und Validierungsergebnisse unter Berücksichtigung des Ausgleichzeitraums und der Durchflussrate 22
11.3 In Deutschland erhaltene Validierungsergebnisse (DIN 19528) 23
11.3.1 Allgemeines 23
11.3.2 Ergebnisse für den Validierungsversuch 1 25
11.3.3 Ergebnisse für den Validierungsversuch 2 28

Anhang A (informativ) Vorschläge für das Packen der Säule, Wassersättigung und Herstellung von Gleichgewichtsbedingungen 33
A.1 Allgemeines 33
A.2 Füllen und Packen der Säule 33
A.3 Wassersättigung 34

Anhang B (informativ) Begründung, der bei der Entwicklung des Prüfverfahrens getroffenen Entscheidungen 35
B.1 Einleitung 35
B.2 Säulenmaße 36
B.3 Fließrichtung des Auslaugungsmittels 36

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 21268-3:2018-03

B.4 Fließgeschwindigkeit des Auslaugungsmittels 37
B.5 Art des Auslaugungsmittels 37
B.6 L/S-Verhältnis 38
B.7 Temperatur 38
B.8 Nutzbringende Verwendung der Prüfergebnisse 38

Anhang C (informativ) Berechnung der Zentrifugierungsdauer in Abhängigkeit von der Zentrifugiergeschwindigkeit und den Rotormaßen 39
C.1 Einleitung 39
C.2 Berechnungen 39

Literaturhinweise 41

Bilder

Bild 1 — Schematische Darstellung der Perkolationsprüfung im Aufwärtsstrom 12
Bild 2 — Ergebnisse der Validierungsstudie zum Vergleich von zwei Ausgleichszeiträumen (12 h bis 16 h und 48 h) und zwei Durchflussraten (15 und 45 cm/Tag) für vier verschiedene Böden [16]. 23
Bild A.1 — Sättigung der Säule durch hydrostatischen Anfangsdruck 34

Tabellen

Tabelle 1 — Tabelle für die Sammlung der Eluatfraktionen 18
Tabelle 2 — Zusammenfassung der Ergebnisse von Ringversuchen und Robustheitsprüfungen 20
Tabelle 3 — CV-Werte der Konzentrationen der Bestandteile in jeder Fraktion der Validierungsstudie [15] 22
Tabelle 4 — Angewendete, relevante Prüfbedingungen in der Validierungsstudie nach DIN 19528 24
Tabelle 5 — Eigenschaften des Prüfmaterials RM BO (verunreinigtes Bodenmaterial, < 10 mm): 25
Tabelle 6 — Leistungskenngrößen für Metalle: 26
Tabelle 7 — Leistungskenngrößen für PAK: 27
Tabelle 8 — Eigenschaften der Prüfmaterialien: 28
Tabelle 9 — Leistungskenngrößen der grundlegenden Parameter für den Validierungsversuch 2: 28
Tabelle 10 — Leistungskenngrößen für PAK für den Validierungsversuch 2 (alle Konzentrationen in µg/l) 29
Tabelle 11 — Leistungskenngrößen für PCB für den Validierungsversuch 2 (alle Konzentrationen in µg/l) 31
Tabelle 12 — Leistungskenngrößen für TPH für den Validierungsversuch 2 (alle Konzentrationen in µg/l) 31
Tabelle 13 — Leistungskenngrößen für Phenole für den Validierungsversuch 2 (alle Konzentrationen in µg/l) 32
Tabelle B.1 — Säulenmaße und Eluatvolumina 36

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 21268-3:2018-03

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 21268-3:2018) 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 EN ISO 21268-3:2007 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 21268-3:2018 wurde von CEN als prEN ISO 21268-3:2018 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 21268-3:2018-03

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 21268-3 ersetzt ISO/TS 21268-3:2007, Abschnitte 1, 2, 4, 5, 6, 7.1, 7.2, 8, 11, A.3 und Anhang B, 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;

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

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

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

— Die Abschnitte 11.1 „Allgemeines“, 11.2 „In Japan durchgeführte Validierungsversuche“ und 11.3 „In Deutschland erhaltene Validierungsergebnisse (DIN 19528)“ wurden hinzugefügt;

— B.2 „Korngrößenverteilung“ wurde gelöscht;

— Der informative Anhang C „Berechnung der Zentrifugierungsdauer in Abhängigkeit von der Zentrifugiergeschwindigkeit und den Rotormaßen“ wurde hinzugefügt;

— Verweisungen auf Abschnitt 2 und Literaturhinweise wurden aktualisiert.

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

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 21268-3:2018-03

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 potentiellen 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/TS 14405) und werden in ISO 18772 [13] 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. Die 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 diesem Verfahren festgelegte Prüfverfahren gehört zur Kategorie a): Grundlegende Charakterisierungsprüfungen.

Diese Norm wurde ursprünglich auf der Grundlage von CEN/TS 14405:2004 erstellt. Insbesondere wurden Änderungen hinsichtlich der Anforderungen an anschließende ökotoxikologische Prüfungen und Analysen organischer Substanzen hinzugefügt. Die Validierungsergebnisse wurden aus DIN 19528 übernommen.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 21268-3:2018-03

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 21268 legt eine Prüfung fest, deren Ziel die Bestimmung des Auslaugungsverhaltens von anorganischen und organischen Bestandteilen aus Böden und Bodenmaterialien ist. Bei dem Verfahren handelt es sich um eine Perkolationsprüfung mit einmaligem Durchlaufen von Wasser (0,001 mol/l $CaCl_2$) unter genormten Bedingungen der Fließgeschwindigkeit. Das Material wird unter hydraulisch dynamischen Bedingungen ausgelaugt. Die erhaltenen Eluate können zur Bestimmung der ökologischen Eigenschaften des Bodens in Bezug auf Mikroorganismen, Fauna und Flora verwendet werden. Die Prüfergebnisse ermöglichen die Unterscheidung zwischen verschiedenen Freisetzungsmustern, wie z. B. Auswaschung und Freisetzung unter Einfluss einer Wechselwirkung mit der Matrix, wenn eine Annäherung an das örtliche Gleichgewicht zwischen Material und Auslaugungsmittel erfolgt.

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 Spezies, die unter Umgebungsbedingungen flüchtig sind.

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.

ANMERKUNG 4 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 Auslaugungsverhalten 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. 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 zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

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 7027:1999, *Water quality — Determination of turbidity*

ISO 10523, *Water quality — Determination of pH*

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

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 21268-3:2018-03

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 Zwecke dieses Teils von ISO 21268 ist das Auslaugungsmittel Wasser, wie in 5.1 festgelegt.

3.3
Eluat
Lösung, die durch eine Auslaugungsprüfung erhalten wird

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

3.6
Untersuchungsprobe
aus der Laboratoriumsprobe hergestellte Probe, aus der die Messproben zur Prüfung oder Analyse entnommen werden

3.7
Messprobe
Menge eines Materials in angemessener Größe für die Messung der Konzentration oder anderer interessierender Eigenschaften, die der Untersuchungsprobe entnommen wurde

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 21268-3:2018-03

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.

3.8
körniges Material
festes Material, das nicht monolithisch ist

Anmerkung 1 zum Begriff: Es ist kein Gas, keine Flüssigkeit bzw. kein Schlamm.

3.9
Trockenmassegehalt
w_{dm}
in Prozent angegebenes Verhältnis zwischen der Masse des Trockenrückstandes und der entsprechenden Rohmasse

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Wert wird in Übereinstimmung mit ISO 11465 bestimmt.

3.10
Bodenmaterial
bodenähnliches Material
Bodenaushub, Baggergut, künstlich hergestellte Böden, sanierte Böden und Auffüllungsböden

[QUELLE: ISO 15176:2002, 3.1.4]

4 Kurzbeschreibung

In diesem Teil von ISO 21268 wird ein Verfahren beschrieben für die Bestimmung der Freisetzung von Bestandteilen aus Böden oder Bodenmaterialien, die in eine Säule gepackt sind und von einem Auslaugungsmittel 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 Auslaugungsmittels werden so gewählt, dass die Komponenten schnell ausgewaschen und unter dem Einfluss der Wechselwirkung mit der Matrix freigesetzte Komponenten von den Ergebnissen abgezogen werden können. Es wird beabsichtigt und angenommen, dass die Bedingungen sich während der Prüfung dem lokalen Gleichgewicht zwischen dem Material und dem Auslaugungsmittel annähern.

Die Messprobe des Materials mit einer festgelegten Korngröße wird auf genormte Weise in eine Säule gepackt. Um zu Beginn ein örtliches Gleichgewicht zu erreichen, erfolgt eine vorherige Einstellung des Gleichgewichts. Die Säulengröße hängt von der Menge an Eluat ab, die für die anschließende Analyse und Prüfung benötigt wird. Das Auslaugungsmittel ist vollentsalztes Wasser mit 0,001 mol/l $CaCl_2$. Das Auslaugungsmittel durchströmt die Säule von unten nach oben und zwar mit einer festgelegten Fließgeschwindigkeit und bis zu einem festgelegten L/S-Verhältnis. Das Eluat wird in verschiedenen getrennten Fraktionen gesammelt.

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

ANMERKUNG Diese Parameter steuern oft das Auslaugungsverhalten von Bodenmaterialien und sind daher bei der Auswertung der Prüfergebnisse von Bedeutung. DOC ist in Böden und Bodenmaterialien für viele anorganische und organische Bestandteile von entscheidender Bedeutung.

AVA Documents Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 21268-3:2018-03

Die Eigenschaften des Eluats werden mit Hilfe 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.

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 Bestandteile) als auch die Freisetzung [mg der kumulativ je kg Material (Trockenmasse) freigesetzten Bestandteile] der Bestandteile.

Das in diesem Teil von ISO 21268 beschriebene Verfahren beruht auf strengeren Prüfanforderungen an die Bestimmung der Freisetzung organischer Bestandteile und/oder 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 und Materialien

5.1 Vollentsalztes Wasser oder **deionisiertes Wasser** oder **Wasser von entsprechender 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 $CaCl_2$. Zu bestimmten Zwecken kann vollentsalztes Wasser ohne Hinzugabe von $CaCl_2$ als Auslaugungsmittel akzeptiert werden. Das verwendete Auslaugungsmittel ist im Prüfbericht anzugeben.

ANMERKUNG Bei Eluaten, die nicht für ökotoxikologische Untersuchungen verwendet werden sollen, muss 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 (analysenrein) 0,1 mol/l und ein organisches Lösungsmittel (z. B. Aceton, analysenrein).

6 Prüfeinrichtung

Die in 6.2 bis 6.13 festgelegten Materialien und Geräte müssen vor Gebrauch auf ihre Funktionstüchtigkeit und das Fehlen von störenden Stoffen, die das Prüfergebnis beeinflussen könnten, überprüft werden.

Die in 6.5, 6.6, 6.13 und 6.14 festgelegten Geräte müssen außerdem kalibriert werden.

6.1 Säule aus Glas oder Kunststoff 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 eine minimale störende Beeinflussung der interessierenden Schadstoffe sicherstellen. Im unteren und oberen Abschnitt der Säule ist eine Filterplatte eingesetzt oder eine dünne Schicht eines feinkörnigen, nicht reaktionsfähigen Materials eingebracht (z. B. feiner Quarzsand), um den ordnungsgemäßen Wasserdurchfluss über die gesamte Breite der Säule sicherzustellen und das Vorfilter zu stützen.

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 Schadstoffe als geeignet angesehen, besonders weil der pH-Bereich bei Bodenuntersuchungen üblicherweise nicht die Bedingungen ($pH > 10$ und $pH < 3$) einschließt, bei denen Glas selbst angegriffen wird. Für die ökotoxikologische Untersuchung werden sowohl Eluate von Metallen als auch von organischen Schadstoffen benötigt, was die Notwendigkeit der Herstellung integrierter Eluate unterstreicht.

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 21268-3:2018-03

ANMERKUNG 3 Wenn nur organische Bestandteile analysiert werden, können eine Säule und Anschlussstücke aus Edelstahl unter Berücksichtigung eines bestimmten zu prüfenden Sorptionsgrads erwogen werden [14].

ANMERKUNG 4 Wenn Quarzsand als Filter verwendet wird, muss durch Prüfung sichergestellt werden, dass dieser frei von auswaschbaren Verunreinigungen und Blindwerten ist. Bei Bedarf sollte der Sand mit vollentsalztem Wasser gewaschen werden, um Feinstoffe zu entfernen. Anschließend sollte der Sand vorsichtig bei Temperaturen von nicht mehr als 25 °C getrocknet werden, 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. Der Sand darf nicht auf Temperaturen von mehr als 550 °C erhitzt werden.

ANMERKUNG 5 Für die Untersuchung organischer Bestandteile darf die gefüllte Säule vor Licht geschützt werden (z. B. in Aluminiumfolie gewickelt werden), um einen biologischen und fotochemischen Abbau zu verhindern.

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

ANMERKUNG Für organische Verbindungen sind Glasfaserfilter ohne organischen Klebstoff geeignet. Wenn nur anorganische Schadstoffe analysiert werden, können alternative Filtermaterialien ausgewählt werden [(z. B. Cellulose-acetat, PTFE)].

6.3 Vorfilter für die Säule mit einer Porengröße von 1,5 µm bis 20 µm. Die Filter müssen Glasfaserfilter ohne organischen Klebstoff sein.

ANMERKUNG Wenn nur anorganische Schadstoffe analysiert werden, können alternative Filtermaterialien ausgewählt werden (z. B. Celluloseacetat, PTFE).

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

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

6.6 pH-Wert-Messgerät 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, Tab. A-1).

ANMERKUNG Wenn organische und anorganische Bestandteile analysiert werden, kann Perfluoro-Ethylen-Propylen (FEP) (Krüger et al. 2014 [14]) verwendet werden. Wenn nur anorganische Bestandteile 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 Bestandteile 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 Nenn-Maschenweite von 2 mm oder 4 mm.

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

6.13 Gerät zur Messung des Redoxpotenzials (optional).

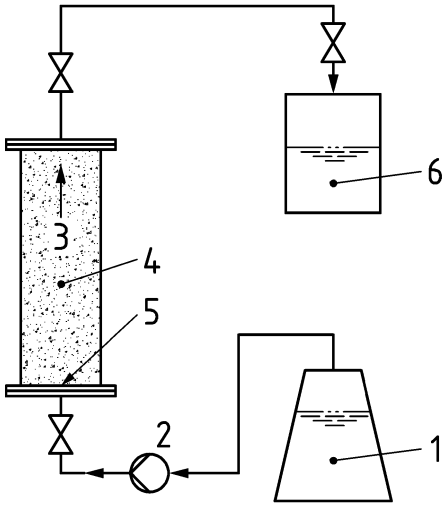
6.14 Gerät zur Trübungsmessung wie in ISO 7027 festgelegt.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 21268-3:2018-03

6.15 Zentrifuge 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 Hochgeschwindigkeitszentrifugierung geeignet ist (z. B. Perfluoroalkoxyalkan (PFA), Edelstahl, siehe Krüger et al. 2014 [14].).

Wenn keine Hochgeschwindigkeitszentrifuge (Ultrazentrifuge) 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 der Glasflaschen verwendet werden. Eine Anleitung zur Berechnung der rotorspezifischen Zentrifugierdauer ist in Anhang C enthalten, um einen vergleichbaren Zentrifugierungswirkungsgrad bei verschiedenen Drehzahlen sicherzustellen. Um die gewünschte Temperatur aufrechtzuerhalten, muss gekühlt werden.



Legende

1	Auslaugungsmittel-Lagerbehälter	4	Probenmaterial
2	Pumpe	5	Vorfilter oder Filterschicht
3	Säule	6	Eluatsammelflasche

Bild 1 — Schematische Darstellung der Perkolationsprüfung im Aufwärtsstrom

7 Probenvorbehandlung

7.1 Korngröße

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

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 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 natürlicher Herkunft in der Probe ist abzutrennen und zu verwerfen. Wenn angenommen wird, dass Überkorn anthropogener Herkunft interessierende Verunreinigungen enthält und mehr als 5 % (Massenanteil) beträgt, muss die gesamte Überkornfraktion durch Sieben (siehe 6.11) abgetrennt und mit einer geeigneten Zerkleinerungsvorrichtung (6.10) auf < 2 mm zerkleinert werden. Das Material darf in keinem Fall 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.

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 21268-3:2018-03

Wenn die Laboratoriumsprobe aufgrund ihres Wassergehalts nicht homogenisiert oder gesiebt werden kann, ist es nur in diesem Fall zulässig, die Laboratoriumsprobe nach ISO 11464, Abschnitt 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 (anorganisch und organisch) führen. In diesem Fall sind die Teilchengrößenreduktion und das Trocknen zu vermeiden, weil diese die Auslaugungseigenschaften verändern können.

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, sollte die Probenahme nach dem Leitfaden für die Erstellung eines Probenahmeplans für Bodenmaterialien, wie in der Normenreihe ISO 14800 festgelegt, erfolgen.

Eine Laboratoriumsprobe wird in geeigneter Menge nach ISO 18400-101 und ISO 23909 hinsichtlich der Menge der Laboratoriumsprobe in Kombination mit der maximalen Korngröße entnommen. Zur Teilung der Probe wird ein Probenteiler (6.12) verwendet oder die Teilung wird durch Kegelbildung und Vierteln vorgenommen.

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 Je nach maximaler Korngröße kann für die Teilung eine Größenreduzierung der gröberen Teilchen (nach 7.2) erforderlich sein, um die Bestimmungen für die Probenahme zu erfüllen.

ANMERKUNG 2 Die Größe der Laboratoriumsprobe richtet sich nach der Korngrößenverteilung des zu analysierenden Bodens (ISO 23909).

Die Trocknungstemperatur darf 30 °C nicht überschreiten (siehe auch 7.2).

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

7.3 Messprobe

Von der Prüfprobe wird eine Messprobe mit geeignetem Volumen entnommen (z. B. etwa 0,6 l, wenn der Durchmesser der Säule 5 cm beträgt, und 2,4 l bei einem Säulendurchmesser von 10 cm). Zur Teilung der Prüfprobe wird ein Probenteiler (6.12) verwendet oder die Teilung wird durch Kegelbildung und Vierteln vorgenommen.

Der Innendurchmesser der Säule ist so zu wählen, dass die größte Korngröße mindestens 3-mal und vorzugsweise 10-mal geringer ist als der Säulendurchmesser.

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 Zentrifugierung (oder Filtration) erhalten werden. Alternativ können größere Eluatvolumina auch in einer einzelnen Prüfung mit einer größeren Säule erzeugt werden, vorausgesetzt, dass die Verhältnisse in Bezug auf L/S 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.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 21268-3:2018-03

7.4 Bestimmung des Trockenmassegehalts

Der Trockenmassegehalt der Probe muss bekannt sein und bei der Berechnung des L/S-Verhältnisses berücksichtigt werden.

Der Trockenmassegehalt (w_{dm}) muss an einer separaten Messprobe bestimmt werden. Die Trockenmasse muss bei (105 ± 5) °C nach ISO 11465 bestimmt werden. Der Trockenmassegehalt wird nach Gleichung (1) berechnet:

$$w_{dm} = 100 \times m_D / m_W \quad (1)$$

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.

Wenn aus in 7.2 oder 7.3 angeführten Gründen das Material vor der Teilchengrößenreduktion und/oder Probenteilung (teilweise) getrocknet wurde, muss der gesamte Masseverlust berücksichtigt werden.

8 Verfahren

8.1 Temperatur

Die Perkolationsprüfung ist bei einer Temperatur von (22 ± 3) °C durchzuführen.

ANMERKUNG Eine konstante Temperatur von 22 °C bei der Prüfung kann entweder durch Regelung der Temperatur im Laboratorium erreicht werden oder durch Regelung der Temperatur des Auslaugungsmittels und Isolieren der Säule und der zugehörigen Geräte.

Bei Materialien, die sehr empfindlich gegenüber biologischem Abbau sind, führt die Durchführung der Prüfung bei verringerter Temperatur (z. B. 4 °C) und das Verhindern einer direkten Lichteinwirkung zu einer wesentlichen Beschränkung der biologischen Aktivität. Wenn die Prüfung auf diese Weise abgeändert wird, muss diese Abweichung im Prüfbericht angegeben werden.

8.2 Vorbereitung

Die Säule einschließlich der oberen und unteren Abschnitte (6.1), Filter (6.2) und Flaschen (6.9) wird mit Salpetersäure und/oder einem organischen Lösemittel (5.2) und mit Wasser (5.1) entsprechend gespült. Die trockene Säule, einschließlich oberer und unterer Abschnitt sowie Filter und Filterplatten oder Schichten von feinkörnigem Material, wird auf 1 g gewogen.

ANMERKUNG Alternativ kann eine Wärmebehandlung angewendet werden, um organische Verunreinigungen aus temperaturbeständigen Ausrüstungen zu entfernen.

8.3 Packen der Säule

Der untere Abschnitt mit einer Filterplatte oder einer etwa 1 cm dicken Schicht feinkörnigen chemisch inaktiven Materials (z. B. Feinquarzsand) und einem Vorfilter (6.3) ist an der Säule zu befestigen. Die Messprobe ist in mindestens fünf aufeinander folgenden Schichten bis zu einer Schichthöhe von (30 ± 5) cm in die Säule zu füllen.

Jede Schicht ist in drei Teilschichten in die Säule einzuführen und jede Teilschicht ist separat zu glätten.

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 21268-3:2018-03

Jede Schicht ist mit einer Rammvorrichtung mit einer Masse von 125 g bei einer Säule mit einem Durchmesser von 5 cm und einer Masse von 500 g bei einer Säule mit einem Durchmesser von 10 cm zu packen. Die Rammvorrichtung wird in Übereinstimmung mit Gleichung (2) abgewogen:

$$r_W = r_C \cdot r_C \cdot 5 \quad (2)$$

Dabei ist

r_W das Gewicht der Rammvorrichtung (g);

r_C der Säulendurchmesser (cm).

Das Gewicht wird dreimal auf jede Schicht aus einer Höhe von 20 cm entlang einer als Führung dienenden Stange fallengelassen. Diese Stange wird in der Mitte einer Scheibe befestigt, die auf der zu packenden Schicht platziert wird. Die Scheibe muss die gesamte Oberfläche der Schicht abdecken (wie in Bild A.1 dargestellt).

Bei der letzten Schicht wird die verbleibende Höhe überprüft und die notwendige Masse angepasst, um eine Höhe von (30 ± 5) cm zu erreichen.

ANMERKUNG 1 Um die geeignete Masse für jede Schicht zu bestimmen, darf eine Vorprüfung durchgeführt werden. In diesem Fall ist eine 7 cm bis 8 cm dicke Schicht in die Säule zu geben, zu packen und die notwendige Masse für den Erhalt einer etwa 6 cm dicken Schicht zu berechnen.

ANMERKUNG 2 Falls die Säule nicht hoch genug ist, um nach dem vorstehend angegebenen Packverfahren zu arbeiten, kann eine Einrichtung zur Erhöhung erforderlich sein.

Der obere Abschnitt der Säule mit einer Filterplatte und einem Vorfilter (6.3) ist zu befestigen, um zu verhindern, dass feine Teilchen mit dem Eluat mitgerissen werden. Der obere Abschnitt und das Vorfilter sind so zu befestigen, dass der Flüssigkeitsstrom nicht am Filter vorbeifließen kann und über dem Material kein offener Raum (Totvolumen) bleibt.

Bei der Positionierung des Vorfilters ist Vorsicht geboten; das Filter kann reißen.

Die auf diese Weise gefüllte Säule ist auf 1 g zu wägen. Die Trockenmasse (m_D), in Kilogramm, der in der Säule befindlichen Messprobe ist nach Gleichung (2) zu bestimmen:

$$m_D = m_W \cdot w_{dm}/100 \quad (2)$$

Dabei ist

m_W die Masse des (feuchten) Prüfanteils in der Säule (kg);

w_{dm} der Trockenmassegehalt, in %.

Bei Verwendung eines Inline-Filters ist der Abflussschlauch am oberen Abschnitt der Säule und am Inline-Filter zu befestigen (6.2).

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 21268-3:2018-03

8.4 Beginn der Prüfung

Die Säule ist entweder mithilfe der Pumpe (6.4) oder durch hydrostatischen Druck mit Wasser (5.1) zu sättigen.

ANMERKUNG 1 Hinsichtlich einer Festlegung der Sättigungsverfahren siehe Anhang A.

Die Pumpe ist anzuhalten oder der hydrostatische Druck zu entlasten, wenn das Material in der Säule vollständig gesättigt ist, der Abflussschlauch jedoch leer bleibt. Das gesättigte Material wird für mindestens 16 h bis 72 h belassen, damit sich im System ein Gleichgewicht einstellt.

Nach dem Zeitraum zur Gleichgewichtseinstellung ist die Pumpe (erneut) zu starten und die Fließgeschwindigkeit so einzustellen, dass die lineare Geschwindigkeit durch die leere Säule (15 ± 2) cm/Tag beträgt. Sofern die schnellere lineare Geschwindigkeit nach durchgeführten Vorprüfungen oder auf der Grundlage der Literatur unabhängig vom Auslaugungsverhalten, dem Fokusabstand und der Materialart ist, kann diese optional auf (30 ± 2) cm/Tag erhöht werden. Die verwendete lineare Geschwindigkeit muss im Prüfbericht angegeben und gegebenenfalls begründet werden.

ANMERKUNG 2 Sobald die Durchflussrate bestimmt wurde, wird sie auf demselben Wert innerhalb von ± 2 cm/Tag während der gesamten Prüfdauer gehalten.

ANMERKUNG 3 Die Ergebnisse der Validierungsstudie zum Vergleich der linearen Geschwindigkeiten zwischen (15 ± 2) und (45 ± 4) cm/Tag sind in Literaturhinweis [16] angegeben.

Die Fließgeschwindigkeit ist nach Gleichung (3) zu berechnen:

$$q = v_L \times \pi \times d^2 \times 0{,}010\,4 \tag{3}$$

Dabei ist

q die Fließgeschwindigkeit des Auslaugungsmittels, in ml/h;

v_L die lineare Geschwindigkeit des Auslaugungsmittels durch die leere Säule, in cm/Tag;

d der Säulendurchmesser, in cm.

ANMERKUNG 4 Eine lineare Geschwindigkeit von 15 cm/Tag entspricht beispielsweise einer Durchflussrate von 12 ml/h bei einer Säule mit einem Durchmesser von 5 cm. Bei 10 cm Säulendurchmesser entspricht das einer Durchflussrate von 48 ml/h.

Der Abflussschlauch (6.8) wird an einer Eluatsammelflasche von geeigneter Größe (6.9) befestigt. Die Pumpe wird gestartet und die Sammelflasche ausgetauscht, nachdem eine Menge (m_W) der Messprobe des Auslaugungsmittels durchgelaufen ist.

Der Überstand wird in Zentrifugenröhrchen (6.15) überführt.

Es gibt zwei Möglichkeiten der Flüssigkeits-/Feststofftrennung.

1) Zentrifugieren des Eluats für 30 min bei 20 000g bis 30 000g unter Anwendung einer Ultrazentrifuge (6.15).

2) Das Eluat wird für 5 h bei 2 000g bis 2 500g in Glasflaschen unter Anwendung einer niedrigtourigen Zentrifuge zentrifugiert (6.15).

Zur Aufrechterhaltung einer Temperatur von (20 ± 5) °C muss gekühlt werden (siehe 8.1).

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 21268-3:2018-03

ANMERKUNG 5 Eluate aus Säulenprüfungen von Böden weisen aufgrund der Selbstfiltration oftmals eine geringe Trübung auf (z. B. < 100 FNU). Da die Sorption in Zentrifugenbehälter zu unerwünschten Verlusten organischer Substanzen führen kann, dürfen Eluate für diese Bestandteile direkt analysiert werden, sofern sichergestellt werden kann, dass die Trübung unterhalb der Anforderungen der Analysevorrichtung liegt.

ANMERKUNG 6 Auf der Grundlage des Stokes'schen Gesetzes kann erwartet werden, dass die Ergebnisse beider Zentrifugationsverfahren vergleichbar sind. Anhang C enthält eine Erläuterung der weiteren Informationsbeziehung zwischen der Zentrifugierungsdauer und der Drehzahl.

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

Wenn nur anorganische Bestandteile gemessen werden und kein Inline-Filter verwendet wurde, kann das Eluat unter Anwendung geeigneter Membranfilter (6.2) und einer Vakuum- oder Druckfiltrationsvorrichtung (6.3) filtriert werden. Wenn die Filtration nicht entsprechend den Festlegungen in weniger als 1 h mit einer Durchflussrate der Flüssigkeit von mindestens 30 ml/cm^2/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 7 Bei anorganischen Bestandteilen ist es oft wünschenswert, vor der Filtration das Eluat bei 2 000 g bis 3 000 g für 20 min unter Anwendung von Glasflaschen mit Schraubkappe und Einlage aus PTFE zu zentrifugieren.

Der pH-Wert und die elektrische Leitfähigkeit dieser Eluatteilmenge werden gemessen. Die Messung der Trübung und des Redoxpotenzials wird empfohlen. Die Analyse von DOC im Eluat wird ebenfalls dringend empfohlen, da diese Eigenschaft sowohl für die Freisetzung von Metallen als auch von organischen Stoffen von Bedeutung ist.

Wenn ein Inline-Filter verwendet wird, ist dieses aufgrund des geringen Filterdurchmessers regelmäßig auf Verstopfung zu überprüfen. Falls eine Verstopfung vorliegt, ist das Filter auszutauschen.

Falls die Flasche mit Verschluss gasundurchlässig ist, wird eine Wasserschleuse für den Verschluss benötigt, um einen Rückstau in der Säule zu vermeiden.

Eine Aufbewahrung der Sammelflaschen unter inerter Atmosphäre kann dann erforderlich sein, wenn reduzierende Bodenmaterialien untersucht werden, um das Auftreten von Oxidationsreaktionen zu verhindern.

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

8.5 Sammeln von zusätzlichen Eluatfraktionen

Die Durchflussrate des Auslaugungsmittels und mögliche Verstopfungen des Inline-Filters (sofern verwendet) werden so oft wie nötig, jedoch mindestens dreimal wöchentlich, geprüft und die ursprüngliche lineare Geschwindigkeit im Bereich der festgelegten Durchflussrate (± 2) cm/Tag angepasst. Falls eine Verstopfung vorliegt, ist das Filter auszutauschen.

Sobald die in Tabelle 1 angegebene Menge an Wasser (5.1) durchgesickert ist, ist die Sammelflasche durch eine neue zu ersetzen. Dies sind die Fraktionen 2 bis 7. Es ist zu beachten, dass beide Kriterien (hinsichtlich des Volumens der tatsächlichen Eluatfraktion und des kumulativen L/S-Verhältnisses) einzuhalten sind.

Jede Eluatfraktion ist unabhängig nach den Festlegungen in 8.4 zu zentrifugieren oder zu filtrieren. Der pH-Wert und die elektrische Leitfähigkeit jeder Eluatteilmenge werden gemessen. Die Messung des DOC, des Redoxpotenzials und der Trübung wird empfohlen.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 21268-3:2018-03

Zu jedem Eluat-Sammel-Zeitpunkt sind die Zeit und das Volumen der Eluatfraktion zu messen und das L/S-Verhältnis sowie die durchschnittliche lineare Geschwindigkeit des Auslaugungsmittels über die Sammelphase dieser Fraktion zu berechnen. Zusätzlich ist die tatsächliche lineare Geschwindigkeit zu messen. Alle diese Werte sind im Prüfbericht anzugeben.

Tabelle 1 — Tabelle für die Sammlung der Eluatfraktionen

Fraktion-Nr.	**Fraktionsvolumen** (= L/S-Verhältnis mal der Trockenmasse)[a] l	**Kumulatives L/S-Verhältnis** l/kg
1	$(0{,}1 \pm 0{,}02) \times m_D$	$0{,}1 \pm 0{,}02$
2	$(0{,}1 \pm 0{,}02) \times m_D$	$0{,}2 \pm 0{,}04$
3	$(0{,}3 \pm 0{,}05) \times m_D$	$0{,}5 \pm 0{,}08$
4	$(0{,}5 \pm 0{,}01) \times m_D$	$1{,}0 \pm 0{,}15$
5	$(1{,}0 \pm 0{,}2) \times m_D$	$2{,}0 \pm 0{,}3$
6	$(3{,}0 \pm 0{,}2) \times m_D$	$5{,}0 \pm 0{,}4$
7	$(5{,}0 \pm 0{,}2) \times m_D$	$10{,}0 \pm 0{,}5$

[a] Bei hohen Salzfrachten (elektrische Leitfähigkeit > 7 500 mS/m) ist die Dichte des Eluats bei den ersten Fraktionen bedeutend höher als 1 g/ml. In diesem Fall muss statt der Masse das Volumen dieser Eluatfraktionen gemessen und für die Berechnungen verwendet werden.

Die Prüfung selbst ist abgeschlossen, wenn das L/S-Verhältnis von 10 l/kg Trockenmasse erreicht ist.

ANMERKUNG 1 In bestimmten Szenarien (beispielsweise bei einer Deponie mit Abdeckung) kann es ausreichend sein, die Auslaugungseigenschaften bis zu einem vorbestimmten L/S-Verhältnis, zum Beispiel L/S = 2, zu kennen. In diesem Fall kann die Prüfung nach Sammlung der fünften Eluatfraktion beendet werden.

ANMERKUNG 2 Bei ökotoxikologischen Prüfungen können die Fraktionen kombiniert werden, wenn das kumulative L/S-Verhältnis weniger als 2 oder 10 beträgt (siehe 7.2, ANMERKUNG 4).

ANMERKUNG 3 Für bestimmte Szenarien (zum Beispiel die Beurteilung der Langzeit-Auslaugungseigenschaften) kann das L/S-Verhältnis für die Probenahme an den Zweck des Benutzers angepasst werden.

ANMERKUNG 4 Wenn keine automatische Vorrichtung für das Sammeln des Eluats verfügbar ist, kann ein Sammelplan innerhalb der Toleranzbereiche aufgestellt werden, die bei der (Durchflussrate ± 2) cm/d und dem Fraktionsvolumen (siehe Tabelle 1) erlaubt sind, wodurch die Eluatsammlung während der Arbeitszeit ermöglicht wird.

ANMERKUNG 5 Die Durchführungszeit der Prüfung lässt sich anhand von Gleichung (4) berechnen:

$$t = (\mathrm{L/S} \times m_D \times 1\,000)/(24 \times q) \qquad (4)$$

Dabei ist

t die Ausführungszeit der Prüfung, in Tagen (d);

L/S das endgültige Flüssigkeits-/Feststoffverhältnis, in Liter je Kilogramm Trockenmasse (l/kg Trockenmasse);

m_D die Trockenmasse der Messprobe, in Kilogramm (kg);

q die Durchflussrate des Auslaugungsmittels, in Milliliter je Stunde (ml/h).

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 21268-3:2018-03

8.6 Weitere Vorbereitung der Eluate 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 Tagen bei höchstens 4 °C.

8.7 Blindversuch

Um, so weit wie möglich, zu prüfen, wie gut das gesamte Verfahren durchgeführt wird, sind regelmäßig Blindversuche durchzuführen. Dazu wird ein Volumen des Auslaugungsmittels dem gesamten Vorgang ausgesetzt (mit Ausnahme der Probenvorbehandlung). Zu diesem Zweck ist die Pumpe zu starten und die leere Säule, einschließlich des oberen und unteren Abschnitts und des Schlauchs, mit dem Auslaugungsmittel zu füllen. Nach 2 Tagen ist die Pumpe von der Säule zu trennen, die Säule durch den unteren Abschnitt zu entleeren und das Eluat zu sammeln. Das Eluat aus dem Blindversuch ist nach 8.6 zu konservieren und zu analysieren.

Das Eluat dieses Blindversuchs muss die folgenden Mindestanforderungen erfüllen: Im Eluat des Blindversuchs muss die Konzentration jeder betrachteten Substanz kleiner als 10 % der im ersten Eluat des untersuchten Materials bestimmten Konzentration sein. Liegt der Messwert aus dem Blindversuch unterhalb der Nachweisgrenze und ist die Nachweisgrenze gleich oder kleiner der Nachweisgrenze für die Eluate, ist die Anforderung ebenfalls erfüllt. Wenn die Anforderung nicht erfüllt wird, ist die Kontamination zu verringern.

9 Berechnungen

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

$$w_{\mathrm{i}} = (V_{\mathrm{i}} \times \phi_{\mathrm{i}})/m_{\mathrm{D}} \tag{5}$$

Dabei ist

- i Index der Eluatfraktion (1, 2, …,7);
- w_{i} die freigesetzte Menge eines Bestandteils je Menge der zu analysierenden Probe in der Eluatfraktion i, in Milligramm je Kilogramm Trockenmasse (mg/kg Trockenmasse);
- V_{i} das Volumen der Eluatfraktion i, ausgedrückt in Litern (l);
- ϕ_{i} die Konzentration der betroffenen Komponente in der Eluatfraktion i (mg/l);
- m_{D} die Trockenmasse des Prüfanteils in der Säule, ausgedrückt in Kilogramm (kg).

Die in der Gleichung (6) angegebene Konzentration ϕ_{i} ist die ursprünglich in dem Eluat vorhandene Konzentration. Der nach 8.6 bestimmte gemessene Wert muss korrigiert werden, wenn die Eluatfraktion verdünnt wurde und/oder die Menge der in 8.6 hinzugefügten Konservierungsflüssigkeit mehr als 1 ml je 100 ml Eluat betrug.

Wenn die Konzentration eines Bestandteils in einer oder mehreren Eluatfraktionen unterhalb der Nachweisgrenze liegt, müssen zwei Berechnungen für diesen Bestandteil in diesen Fraktionen durchgeführt werden. Die Obergrenze von w_{i} wird berechnet, indem ϕ_{i} der Bestimmungsgrenze gleichgesetzt wird; die Untergrenze von U_{i} wird berechnet, indem ϕ_{i} gleich 0 gesetzt wird.

Für jeden Bestandteil muss die kumulativ freigesetzte Menge (Σw_{i}) berechnet werden, indem die freigesetzten Mengen dieses bestimmten Bestandteils angesammelt werden, die in den verschiedenen Eluatfraktionen gemessen wurden. Wenn die Konzentration eines Bestandteils in einer oder mehreren Eluatfraktionen

AVA Documents Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 21268-3:2018-03

unterhalb der Nachweisgrenze liegt, müssen für diesen Bestandteil zwei Berechnungen durchgeführt werden, um sowohl die Ober- als auch die Untergrenze von Σw_i anzugeben.

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) Zentrifugiergeschwindigkeit/Zentrifugalkraft, Zeitdauer und Art der verwendeten Gefäße, Temperaturablesungen;

c) die Prüfergebnisse (z. B. chemische Analyse);

d) sämtliche Einzelheiten, die wahlfrei sind, bzw. Abweichungen von den Festlegungen in diesem Teil von ISO 21268, und alle Auswirkungen, die möglicherweise die Ergebnisse beeinflusst haben.

11 Leistungskenngrößen

11.1 Allgemeines

Das Leistungsverhalten der Prüfung in Bezug auf Wiederholpräzision und Vergleichpräzision hängt von dem geprüften Material und auch von den Prüfbedingungen ab. Mehre Validierungsstudien wurden durchgeführt, um die Robustheit, Wiederholpräzision und Vergleichpräzision von ISO 21268-3 zu bestätigen. Eine Zusammenfassung der Validierungsstudien kann Tabelle 2 entnommen werden. Der nachfolgende Abschnitt bietet einen Überblick über einige Validierungsstudien.

Tabelle 2 — Zusammenfassung der Ergebnisse von Ringversuchen und Robustheitsprüfungen

Nr.	Typ	Verun-reinigungen	Art der Prüfungen	Verfahren	N*	S*	Prüfergebnisse	Referenz
1	Boden	anorganisch	Robustheits-prüfung/ Ringversuch	TS 21268-3	34	1	Die CV-Werte für (a) die Konzentration und (b) die kumulative Menge liegen unter 30 %	Yasutaka et al (2017)[15]
2	Boden	anorganisch	Robustheits-prüfung/ Ringversuch	TS 21268-3, Änderung der Durchflussrate: 36 ml/h Änderung der Dauer der anfänglichen Sättigung: 16 h	2	2	Die CV-Werte für (a) die Konzentration und (b) die kumulative Menge liegen unter 30 %	Yasutaka et al (2017)[15]

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 21268-3:2018-03

Nr.	Typ	Verun-reinigungen	Art der Prüfungen	Verfahren	N*	S*	Prüfergebnisse	Referenz
3	Boden (Ver-wendung desselben Bodens)	anorganisch	Robustheits-prüfung	Änderung der Durchflussrate: (12, 36) ml/h	4	1	Die Ergebnisse der Experi-mente mit (12 und 36) ml/h zeigen eine gute Überein-stimmung.	Naka et al (2017)[16]
		anorganisch	Robustheits-prüfung	Änderung der Dauer der anfänglichen Sättigung: (0, 16, 48) h	4	1	Die Ergebnisse der Experi-mente mit 16 h und 48 h zeigen eine gute Über-einstimmung.	Naka et al (2017)[16]
5	Boden-asche Abriss-abfall	anorganisch	Robustheits-prüfung	unterschiedliche Kontaktzeit: (2,5, 5, 16) h	10	2	Kürzere Kontaktzeiten während der Säulen-experimente hatten keinen wesentlichen Einfluss auf den pH-Wert, den EC und die Freisetzung von Bestandteilen und bedenklichen Materialien	Lopez Meza et al (2008)[17]
6	verun-reinigter Boden, Boden-asche, Bau- und Abriss-abfall, Stahl-schlacke	anorganisch und PAK	Vali-dierungs-ringversuch	leicht abwei-chende Säulen-maße, aber feste Kontaktzeit von 5 h, vollent-salztes Wasser, Zentrifugierung nur bei einer Trübung von > 100 FNU	20 bis 36	4	DIN 19528 wurde auf der Grundlage der Ergebnisse als validiert bestätigt	DIN 19528 (siehe 11. 2))
7 (sieheN298)	konta-minierter Boden	organisch (PAK, PCB, TPH, Phenole)	Vali-dierungs-ringversuch	leicht abwei-chende Säulen-maße, aber feste Kontaktzeit von 5 h, vollent-salztes Wasser als Auslaugungs-mittel, Zentrifugierung nur bei einer Trübung von > 100 FNU	7 bis 16	4	Gute Ergebnisse. Die Validierung von DIN 19528 wurde erweitert.	DIN 19528 (siehe 11. 2))
N*: Anzahl der Prüfungen, S*: Anzahl der (Boden-) Proben								

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 21268-3:2018-03

11.2 In Japan durchgeführte Validierungsversuche

11.2.1 In Übereinstimmung mit ISO/TS 21268-3:2004 durchgeführte Ringversuche

Um die Wiederholpräzision und Vergleichpräzision der Prüfung zu untersuchen, nahmen siebzehn Labore an dem Ringversuch auf der Grundlage von ISO/TS 21268-3:2004 teil. Nahezu alle CV-Werte der Konzentrationen der Bestandteile in jeder Fraktion lagen unter 30 %. Für die kumulativen Mengen der anorganischen Substanzen lagen alle CV-Werte bei allen L/S-Verhältnissen unter 30 %. Genaue Informationen zu dieser Validierungsstudie sind dem Literaturhinweis [15] gezeigt.

Tabelle 3 — CV-Werte der Konzentrationen der Bestandteile in jeder Fraktion der Validierungsstudie [15]

Anzahl der Säulen-experi-mente		L/S = 0,1	L/S = 0,2	L/S = 0,5	L/S = 1,0	L/S = 2,0	L/S = 5,0	L/S = 10
Cu	34	17 %	14 %	13 %	17 %	14 %	23 %	38 %
As	34	11 %	9 %	8 %	11 %	11 %	11 %	23 %
Se	34	22 %	18 %	26 %	26 %	28 %	40 %	71 %
F	34	22 %	21 %	17 %	17 %	21 %	12 %	11 %
Ca	34	20 %	15 %	16 %	13 %	22 %	8 %	7 %

11.2.2 Robustheitsprüfung und Validierungsergebnisse unter Berücksichtigung des Ausgleichzeitraums und der Durchflussrate

Drei Ausgleichszeiträume (0, 12 bis 16 und 48 h) sowie zwei Durchflussraten (15 und 45 cm/Tag) wurden für vier verschiedene Böden bewertet und die Freisetzung anorganischer Bestandteile verglichen. Die Ergebnisse deuteten darauf hin, dass der Ausgleichszeitraum von 12 h bis 16 h und die Durchflussrate von 45 cm/Tag optimal für anorganische Substanzen waren. Wir berechneten die Vergleichpräzision der Säulenleistungsprüfungen für den Boden A und B unter Verwendung von CV; mehr als 90 % der Werte lagen innerhalb von 30 % unter den Prüfungsbedingungen nach ISO 21268-3. Genaue Informationen zu dieser Validierungsstudie sind in dem Literaturhinweis [16] enthalten.

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 21268-3:2018-03